

F1503/7

BULETINUL INSTITUTULUI POLITEHNIC DIN IAȘI

Tomul XXX (XXXIV)

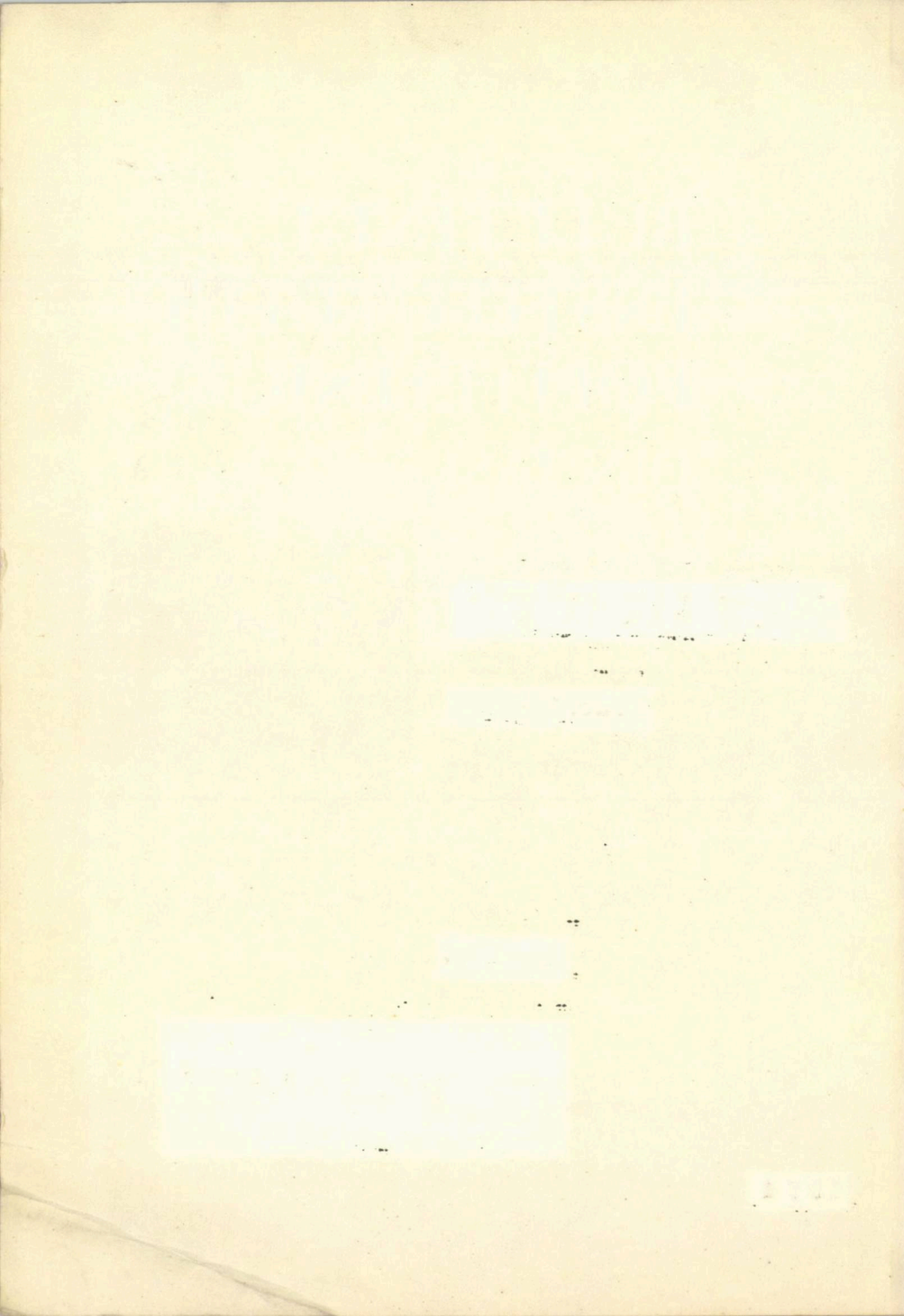
Fasc. 1 — 4

L: ok0738

VII.1
Secția VI

TEXTILE. PIELĂRIE

1984



**BULETINUL
INSTITUTULUI
POLITEHNIC
DIN IAȘI**

Tomul XXX (XXXIV)

Fasc. 1—4

Secția VI

TEXTILE. PIELĂRIE

1984

COLEGIUL DE REDACȚIE

Prof. dr. doc. VAL. BLIDARU
Prof. dr. doc. N. V. BOȚAN
Prof. dr. ing. M. GAFIȚANU (președinte)
Prof. dr. P. MĂLCOMETE
Prof. dr. doc. D. MANGERON
Prof. dr. ing. T. SILION
Acad. prof. dr. doc. CR. SIMIONESCU
Prof. dr. ing. I. VLAD

COMITETUL DE REDACȚIE AL SECȚIEI Textile-Pielărie

Prof. dr. ing. VOINEA COCIU
Prof. dr. ing. OLIMPIA MARCHIȘ
Conf. dr. ing. FILIP REICHER

REDACȚIA

Prof. dr. doc. D. MANGERON
(redactor responsabil)
Prof. dr. doc. ing. ALFRED BRAIER
(secretar de redacție)
Asist. ing. ANETA BRAIER (redactor)

BULETINUL INSTITUTULUI POLITEHNIC DIN IAȘI
BULLETIN OF THE POLYTECHNIC INSTITUTE OF JASSY
ИЗВЕСТИЯ ЯССКОГО ПОЛИТЕХНИЧЕСКОГО ИНСТИТУТА

Tomul XXX (XXXIV), Fasc. 1—4

1984

Secția VI

TEXTILE. PIELĂRIE

S U M A R

AGLAIA CHIRIȚĂ, EUGENIA RUCINSCHI, GEORGETA IFTIMIE și DOINA SIMIONOV, Studii privind solubilizarea 44'-dihidroxidifenilsulfoniei. (I) Obținerea de produse anionice (franc., rez. rom.)	7
MIRCEA DAN BUCEVSCHI și GH. CHIRIȚĂ, Obținerea poliaminoacizilor din hidrolizate de collagen prin metoda azidei (engl., rez. rom.)	13
TANIA FORST, ROMEN BUTNARU și RODICA MUREȘAN, Optimizarea vopsirii materialelor mixte fibre poliesterice—fibre celulozice cu coloranți de dispersie și direcți. Selecționarea coloranților direcți (franc., rez. rom.)	21
OTILIA MĂLCOMETE, MIRCEA MATEESCU, EUGEN COVRIG și ELENA TURTUREANU, Influența procesului de tricotare asupra structurii și caracteristicilor fibrelor și firelor din polialcoolvinil și celefibră tip polinoză (franc., rez. rom.)	31
ELENA ILIESCU, AUGUSTIN MUREȘAN și RODICA MUREȘAN, Cercetări privind obținerea articolelor dantelate pe cale chimică (I) (engl., rez. rom.)	39
JULIETA HOMUTESCU, AURELIA GRIGORIU și MIHAELA ROȘCA, Tatamente alcaline și termice ale acetatilor de celuloză (rom., rez. engl.)	45
FLORIN VĂLU, LILIANA STOICHÎTESCU și NORICA TUȚIANU, Studiul degomării fibrelor de mătase naturală sub acțiunea unui cîmp electric de înaltă frecvență (germ., rez. rom.)	51
N. N. COJOCARU, Cercetări asupra caracteristicilor unor noi tipuri de fire din amestecuri de fibre chimice indigene obținute pe sisteme clasice și neconvenționale (germ., rez. rom.)	57
COSTEA BUDULAN și LUCIA ANDRIEȘAN, Sisteme neliniare de came pentru mașinile de tricotat circulare interlock echipate cu 96 sisteme (franc., rez. rom.)	63
LIVIA HARGHEL, Cercetări privind posibilitățile de utilizare a inelului rotativ în procesul de filare (engl., rez. rom.)	73

Section VI

TEXTILES. LEATHERSHIP

C O N T E N T S

AGLAIA CHIRIȚĂ, EUGENIA RUCINSCHI, GEORGETA IFTIMIE et DOINA SIMIONOV, Études concernant la solubilisation de la 4,4'-dihydroxydiphenylsulfone. (I) L'obtention des produits anioniques (French, Romanian summary)	7
MIRCEA DAN BUCEVȘCHI and GH. CHIRIȚĂ, Obtaining of Polyaminoacides from Collagen Hydrolysates by Azide Method (English, Romanian summary)	13
TANIA FORST, ROMEN BUTNARU et RODICA MUREȘAN, Optimisation de la teinture des tissus mixtes fibres polyesteriques-fibres cellulosiques avec des colorants de dispersion et substantifs. Sélection des colorants substantifs (French, Romanian summary)	21
OTILIA MĂLCOMETE, MIRCEA MATEESCU, EUGEN COVRIG et ELENA TURTUREANU, L'influence du processus de tricotage sur la structure et sur les caractéristiques des fibres et des fils de polyalcoolvinyl et de fibranne polynosique (French, Romanian summary)	31
ELENA ILIESCU, AUGUSTIN MUREȘAN and RODICA MUREȘAN, Researches on Obtaining Laced Articles by Chemical Process (I) (English, Romanian summary)	39
JULIETA HOMĂTESCU, AURELIA GRIGORIU și MIHAELA ROȘCA, Alkaline and Thermal Treatment of Cellulose Acetates (Romanian, English summary)	45
FLORIN VĂLU, LILIANA STOICHÎTESCU und NORICA TUȚIANU, Untersuchungen zum Enbasten von Naturseidengeweben unter der Wirkung von Hochfrequenzentladungen (German, Romanian summary)	51
N. N. COJOCARU, Untersuchungen betreffs der Kennwerte einiger neuer nach klassischen und unkonventionellen Verfahren erzielten Faserarten und Gemischen von einheimischen Chemiefasern (German, Romanian summary)	57
COSTEA BUDULAN et LUCIA ANDRIEȘAN, Systèmes non-linéaires de cames pour des machines à tricoter circulaires interlock à 96 systèmes (French, Romanian summary)	63
LIVIA HARGHEL, Researches on the Possibilities of Using the Rotary Ring in Spinning Process (English, Romanian summary)	73

Секция VI

ТЕКСТИЛЬ, КОЖЕВНИЧЕСТВО

СОДЕРЖАНИЕ

АГЛАИА КИРИЦЭ, ЭУДЖЕНИЯ РУЧИНСКИ, ДЖЕОРДЖЕТА ИФТИ- МИЕ ДОИНА СИМИОНОВ, Изучение растворимости 4,4' диоксифе- нилсульфона. (I) Получение анионные продуктов (франц., рез. рум.)	7
МИРЧЯ ДАН БУЧЕВСКИ и Г. ГИРИЦЭ, Получение полиаминокислот из гидролизатов коллагена азидным методом (англ., рез. рум.) . . .	13
ТАНИА ФОРСТ, РОМЕН БУТНАРУ и РОДИКА МУРЕШАН, Оптима- лизация крашения смешанных текстильных материалов полуэфир- ные волокна в смеси с целлюлозными волокнами дисперсными и прямыми красителями; вывор прямых красителей (франц., рез. рум.)	21
ОТИЛИА МЫЛКОМЕТЕ, МИРЧЯ МАТЕЕСКУ, ЗУДЖЕН КОВРИГ и ЭЛЕНА ТУРТУРЯНУ, Влияние трикотажного процесса на структура и свойства поувинилспиртовых и полинозных волокон и пражки (франц., рез. рум.)	31
ЗЛЕНА ИЛИЕСКУ, АУГУСТИН МУРЕШАН и РОДИКА МУРЕШАН, Исследование получения кружевных изделий химическим способом (I) (англ., рез., рум.)	39
ЖУЛИЕТА ХОМУТЕСКУ, АУРЕЛИЯ ГРИГОРЮ и МИХАЕЛА РОШКА, Щелочные и термические обработки ацетатных тканей (рум., рез. англ.)	45
ФЛОРИН ВЭЛУ, ЛИЛИАНА СТОЙКИЦЕСКУ и НОРИКА ТУЦИАНУ, Исследования дегомация тканей из натурального телка под действи- ем электрических разрядов высокой частоты (нем., рез. рум.) .	51
Н.Н. КОЖОКАРУ, Исследования характеристик новых типов нитей из смесей местных волокон полученных на основе классических и неусловных систем (нем., рез. рум.)	57
КОСТЯ БУДУЛАН и ЛУЧЯ АНДРИЕШАН, Нелинейные системы кулач- ков для круглых трикотажных машин интерлок с 96 системами (франц., рез. рум.)	63
ЛИВИА ХАРГЕЛ, Исследования возможности использования вращаю- щих колец в процессе крутки (англ., рез. рум.)	73

ÉTUDES CONCERNANT LA SOLUBILISATION DE LA 4,4'-DIHYDROXYDIPHÉNYLSULFONE

I. L'OBTENTION DES PRODUITS ANIONIQUES

PAR

AGLAIA CHIRIȚĂ, EUGENIA RUCINSCHI, GEORGETA IFTIMIE
et DOINA SIMIONOV

1. Introduction. Les sulfones aromatiques constituent aujourd'hui des matières premières importantes qu'on utilise pour obtenir des tannants synthétiques, certains colorants azoïques, des auxiliaires nécessaires au finissage chimique textile, ainsi que certains produits isolants de l'industrie électrotechnique et des produits ignifuges.

Les sulfones aromatiques sont des substances cristallisables dont la couleur passe de rose-orange jusqu'à blanc selon leur degré de pureté ; ce sont des substances sans odeur, insolubles dans l'eau froide, solubles dans l'eau très chaude, dans l'alcool éthylique et méthylique, dans des solutions alcalines chaudes.

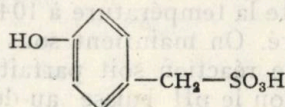
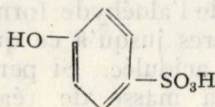
Les sulfones cristallisent du benzène ou heptane. Elles ont une stabilité particulière par rapport à l'oxydation, à la réduction et à la lumière. Elles sont difficilement attaquées par les agents chimiques ce qui prouve leur grande stabilité.

Dans la synthèse des substances tannantes les condensations se déroulent en milieu aqueux, le pH pouvant être acide ou neutre, et très rarement dans une masse fondue. Vu que la 4,4'-dihydroxydiphénysulfone est insoluble dans l'eau froide, en milieu acide et neutre et que le point de fusion est assez élevé, pour réaliser la synthèse des tannants synthétiques il est nécessaire de la solubiliser.

Le but du travail ci-présent est d'étudier les possibilités de solubiliser la 4,4'-dihydroxydiphénysulfone pour obtenir des produits anioniques.

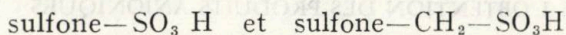
Les produits anioniques solubles dans l'eau peuvent être obtenus par sulfonation ou par méthylsulfonation.

Par sulfonation ou méthylsulfonation on introduit le groupement sulfonique ou méthylsulfonique dans une structure aromatique ; tel est le cas du phénole lorsqu'on peut obtenir de l'acide *p*-phénolsulfoniques et de l'acide *p*-phénolméthylsulfonique :



Les deux sont des produits solubles dans l'eau mais leurs propriétés diffèrent. Ainsi, le produit dont le groupement sulfonique est lié directement au noyau aromatique est un acide fort, tandis que l'autre, dont le groupement sulfonique est lié au noyau aromatique par l'intermédiaire d'un groupement méthylénique a une solubilité pareille mais la constante de dissociation est inférieure et donc l'acidité est plus faible, elle aussi.

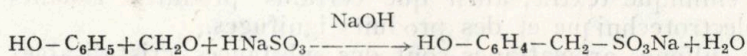
En ce qui concerne la solubilisation de la 4,4'-dihydroxydiphénylsulfone, la littérature de spécialité est pauvre en informations. On a étudié au laboratoire les possibilités d'obtenir les deux types de produits anioniques:



On a utilisé la 4,4'-dihydroxydiphénylsulfone cristallisée blanche, ayant le point de fusion à 247...252°C [13].

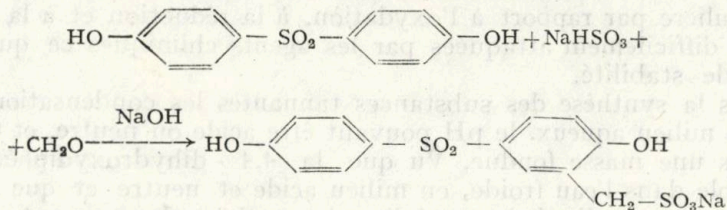
2. Méthylsulfonation. La solubilisation par *méthylsulfonation* peut être appliquée aux phénols, polyphénols, aux intermédiaires ou aux oligomères; aussi cette méthode est-elle pratiquée dans l'industrie des tannants synthétiques.

La méthylsulfonation se déroule de la manière suivante:



La littérature de spécialité parle de l'utilisation de la dihydroxydiphénylsulfone dans l'obtention des tannants synthétiques tels: Tanigan QE, Tanigan Extra S, Tanigan Extra DLNA, Tanigan extra A [1].

L'étude ci-présente a étudié la réalisation de la réaction suivante:



Vu que l'on a suivi l'introduction d'un seul groupement méthylsulfonique dans une mole de sulfone, dans les synthèses effectuées, les proportions entre les réactants ont été d'environ 1 : 1 : 1.

Manière de travail. Dans un récipient de réaction à trois goulots on a introduit de l'eau, de la dihydroxydiphénylsulfone et une solution de NaOH pour assurer l'alcalinité du milieu. On commence à agiter et à chauffer et lorsqu'on atteint la température de 90° on ajoute de l'aldéhyde formique concentré et ensuite une solution 35% de sulfite acide de sodium.

On maintient sous reflux pendant environ 2...3 heures, ensuite on augmente la température à 104°C et on ajoute encore de l'aldéhyde formique concentré. On maintient sous reflux pendant 24 heures jusqu'à ce que la masse de réaction soit parfaitement soluble en eau acidulée. Si pendant la réaction le pH baisse au-dessous de 9,5, dans la masse de réaction

se produit la séparation d'une partie solide, même à chaud ; l'augmentation du pH de 10,5...11 fait disparaître la partie solide et la masse reste homogène.

On a essayé la solubilité des composants et leur structure chimique sur la masse de réaction. On peut supposer que le filtrat (partie liquide A) ayant le pH=10...10,5 contient aussi la sulfone non-réagie.

Aussi a-t-on neutralisé avec une solution de HCl ayant le pH=3, conditions où la 4,4'-dihydroxydiphénylsulfone est insoluble et il est apparu un précipité blanc qui, après séchage, a indiqué le point de fusion à 235...242°C, déterminé sur appareil Böetius.

On a répété plusieurs fois les synthèses et chaque fois on a cherché la sulfone modifiée dans la fraction solide B. On a constaté que cette fraction B est soluble dans l'éther et dans l'eau, qu'elle est partiellement soluble dans l'alcool éthylique, l'alcool méthylique et insoluble dans l'acétone. Donc, par rapport à la 4,4'-dihydroxydiphénylsulfone la situation est celle donnée par le Tableau 1.

Tableau 1

	4,4'-dihydroxydiphénylsulfone	4,4'-dihydroxydiphénylsulfone méthylsulfonée
Soluble	alcool méthylique alcool éthylique solutions alcalines eau très chaude acétone éther éthylique anhydrique	eau froide éther éthylique
Partiellement soluble		alcool éthylique alcool méthylique
Insoluble	eau froide éther éthylique acétate d'éthyle	acétone

Cette fraction B a été soumise à l'analyse spectrale IR RMN, en utilisant comme épreuve-témoin la 4,4'-dihydroxydiphénylsulfone. Le spectres IR ont été enregistrés sur un appareil Unicam SP-200 par le procédé du pastilleur en KBr.

Analysant les spectres IR de la sulfone et de la sulfone modifiée on constate que:

- le pic de $3\,360...3\,400\text{ cm}^{-1}$ correspond au groupement OH ;
- la liaison C=C du phényle apparaît pour la valeur de $1\,580...1\,600\text{ cm}^{-1}$ de la longueur d'onde ;
- la présence du groupement $-\text{SO}_2-$ est observée à $1\,280...1\,140\text{ cm}^{-1}$;

d) $\lambda = 1\,835\text{ cm}^{-1}$ est caractéristique au groupement OH du phényle parasubstitué.

L'analyse spectrale met en évidence la présence du groupement $\text{SO}_2\text{—OR}$ à $\lambda = 1\,300\text{...}1\,350\text{ cm}^{-1}$. La combinaison des bandes à $830\text{...}900\text{ cm}^{-1}$ est spécifique à certains noyaux trisubstitués précisément à 830 cm^{-1} , déformation des deux atomes d'hydrogène voisins d'un noyau phényle trisubstitué; 900 cm^{-1} , apparition de la déformation du CH du noyau trisubstitué.

De l'analyse des spectres RMN, présentés dans les figures 4,5 et 6 il résulte les faits suivants :

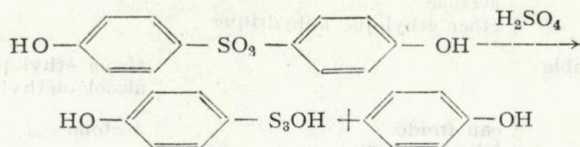
a) pour l'épreuve-témoin les signaux de 6,5...8 sont caractéristiques aux protons du noyau aromatique parasubstitué;

b) pour le produit modifié le signal de 4,4 est caractéristique au groupement $\text{—CH}_2\text{—}$ lié au phényle parasubstitué.

3. Sulfonation. L'introduction du groupement sulfonique directement dans la structure aromatique est réalisée le plus souvent par sulfonation directe; on utilise comme agent de sulfonation l'acide sulfurique concentré ou oléum ayant une teneur variée en SO_3 .

Dans les réactions de sulfonation il faut avoir une correspondance entre l'activité de l'agent de sulfonation et la réactivité du composé aromatique. La sulfonation des composés aromatiques moins réactifs est effectuée avec oléum de 20 % ou 60...65 % SO_3 à une température variée selon la réactivité de la substance et le degré de sulfonation qu'on a en vue.

Les arylsulfones en milieu très acide peuvent scinder en formant de l'acide arylsulfonique et un dérivé aromatique [8], conformément à la réaction



C'est la raison pour laquelle les méthodes de sulfonation directe n'obtiennent pas les résultats espérés au cas de la dihydroxydiphénylsulfone. Pour solubiliser la 4,4'-dihydroxydiphénylsulfone on procède de la manière suivante [9]: la sulfone est dissoute dans une quantité d'acide sulfurique concentré 10 fois plus grande; après un certain laps de temps se produit une séparation de flocons ayant l'aspect d'une bouillie épaisse. Au microscope les cristaux ont la forme des aiguilles; ils dissolvent facilement dans l'eau et peuvent se séparer de la sulfone difficilement soluble.

Il faut éviter le contact de la substances avec l'eau.

La séparation du produit se réalise sur un filtre en verre d'Yéna pour enlever l'excédent d'agent de sulfonation; ensuite on dissout la bouillie dans l'eau et on la neutralise au carbonate de plomb. Par le barbotage ultérieur d'hydrogène sulfuré, apparaît le sulfure de plomb, noir et insoluble et l'acide sulfonique reste soluble dans l'eau.

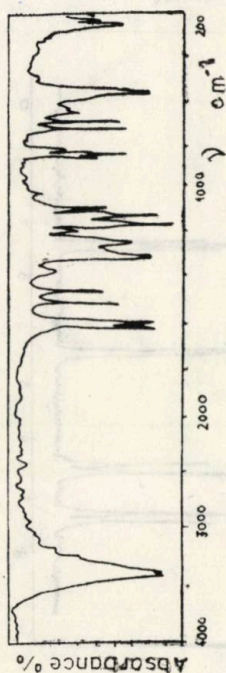


Fig. 1. — Spectre IR de la sulfone.

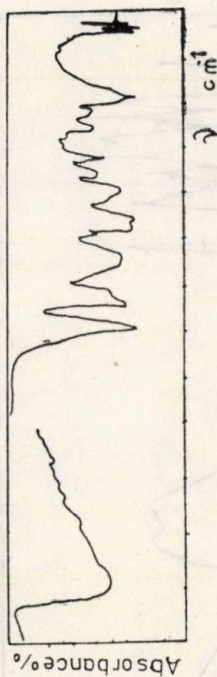


Fig. 2. — Spectre IR de la sulfone modifiée (I).

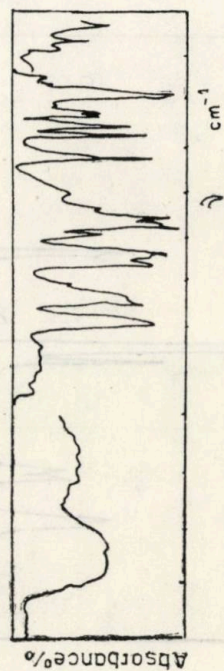


Fig. 3. — Spectre IR de la sulfone modifiée (II).

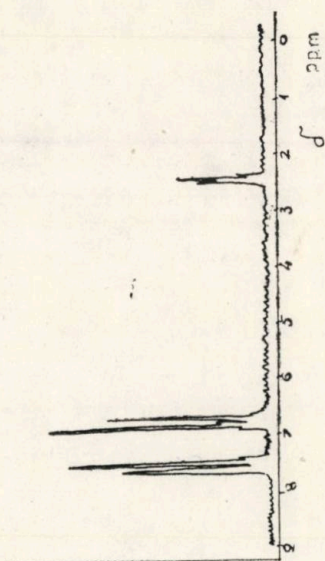


Fig. 4. — Spectre RMN de la sulfone.

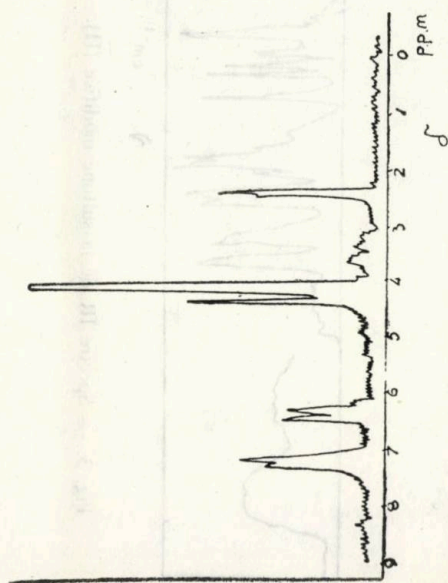


Fig. 5. — Spectre RMN de la sulfone modifiée (I).

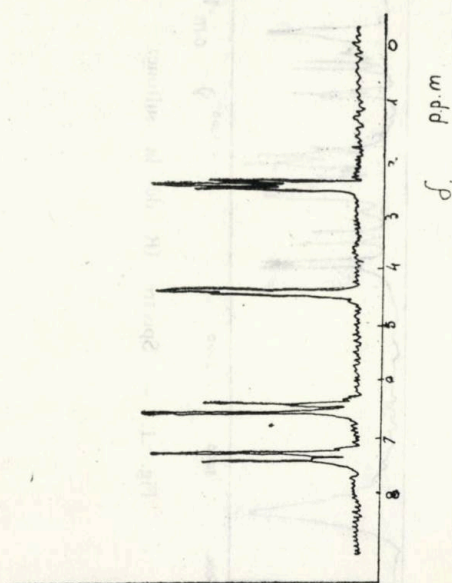


Fig. 6 — Spectre RMN de la sulfone modifiée (II).

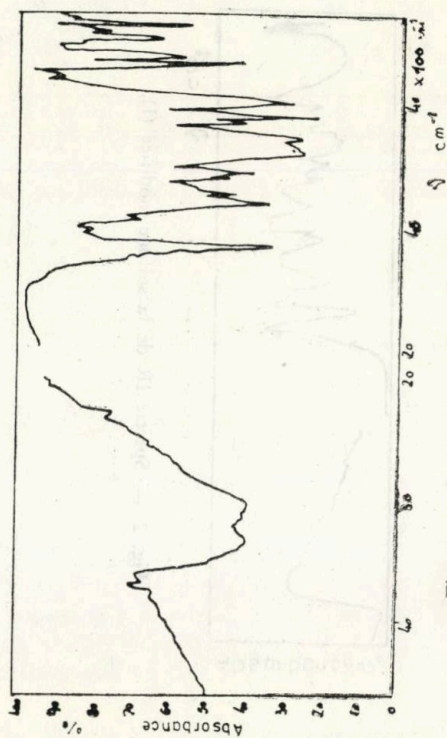


Fig. 7. — Spectre IR de la sulfone modifiée.

La solution d'acide libre est séparée au bain d'eau, en obtenant des cristaux incolores de grande taille, sous formes de plaques qui, pour être purifiées, recristallisent dans l'eau.

En laboratoire on a diminué la quantité d'acide sulfurique pour accélérer la formation de la bouille et pour faciliter la filtration. On a utilisé ainsi pour une mole de sulfone 10 moles d'acide sulfurique concentré. On a observé qu'après 48 heures, la masse de réaction étant diluée, aucun autre produit ne se séparait plus, ce qui prouve que la sulfone a été modifiée en réalisant sa solubilisation dans l'eau.

On a essayé d'utiliser en laboratoire différentes concentrations de l'agent de sulfonation. On a utilisé comme agent de sulfonation de l'acide sulfurique concentré ou oléum, ou bien encore des mélanges d'acide sulfurique et oléum en proportion de 2 : 1 et 1 : 1.

Le nombre des essais fut considérable. Le produit obtenu a été recristallisé dans l'eau et il a été soumis à l'analyse spectrale IR et à l'analyse fonctionnelle qualitative.

En comparant le spectre de la dihydroxydiphénylsulfone (fig. 1) au spectre de la dihydroxydiphénylsulfone sulfonée (fig. 7) on observe :

- a) un élargissement de la bande d'absorption situé entre 3 000... 3 400 cm^{-1} qui correspond à OH associé (OH-phénolique + OH-acide) ;
- b) pour les valeurs 1 100... 1 200 cm^{-1} de la longueur d'onde apparaissent des signaux caractéristiques au groupement $-\text{SO}_3\text{H}$.

À la suite de l'analyse qualitative on constate que :

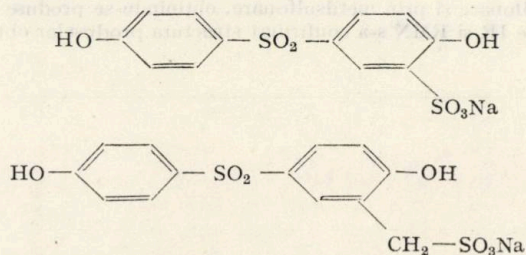
c) tous les produits obtenus se comportent conformément au test indiqué par la littérature de spécialité [9], [14] : au traitement avec du FeCl_3 ils donnent une coloration rouge qui ne change pas sous l'influence de l'alcool, tandis que la sulfone donne une coloration violette ;

d) le produit obtenu provoque de l'effervescence lorsqu'il est traité au bicarbonate de potassium ;

e) le pH de la solution se situe entre 2 et 3.

4. Conclusions. 1. On a réalisé la solubilisation dans l'eau froide de la 4,4'-dihydroxydiphénylsulfone par méthylsulfonation et sulfonation directe.

2. Par spectroscopie IR et RMN on a confirmé que la sulfone solubilisée par ces méthodes possède la structure



3. La 4,4'-dihydroxydiphény sulfone modifiée peut servir par condensation avec elle-même ou avec d'autres structures aromatiques, comme matière première dans la réalisation de certains tannants synthétiques.

4. La solubilisation de la 4,4 -dihydroxydiphénylsulfone par méthyl-sulfonation est réalisé à l'aide des substances bon marché, sans danger d'explosion, de toxicité ou corrosion, le procédé pouvant être donc recommandé à l'échelle industrielle.

La réalisation de la solubilisation de la 4,4' - dihydroxydiphénylsulfone par sulfonation directe nécessite de grandes quantités d'acide sulfurique et sa séparation est laborieuse.

Reçue le 15 Septembre 1984

Institut Polytechnique, Jassy,
Chaire de Technologie Chimique des Tannants

BIBLIOGRAPHIE

1. Chiriță A., *Tanani vegetali și sintetici*. Ed. tehn., Buc., 1981.
2. Schlade F., Träubel H., *Das Leder*, 9 (1982).
3. Wachsmann H., Cuoio, Pelli, *Materie Concianti*, 1 (1982).
4. * * * — Brevet d'invention français, 2317285/1976.
5. * * * — Brevet d'invention français 2072358/1971.
6. * * * — Brevet d'invention français 23911027/1978.
7. * * * — Brevet d'invention français 2372152/1977.
8. Nenițescu C. D., *Chimie organică*. Ed. did. și ped., Buc., 1981.
9. Zenenter J., Franser E., *Jour. für Praktische Chemie*, Leipzig, 117 (1942).
10. Hendrickson J., Cram J. D., Hammond S. G., *Chimie organică*. Ed. științ. și enciclop., Buc., 1976.
11. Becker H., *Organicum*. Ed. științ. și enciclop., Buc., 1982.
12. Михайлов А.Н., *Синтетические дубители*. Москва, 1967.
13. Chiriță A., Kusch E., Tocarciuc M., Brevet d'invention R.S.R., nr. 81891. 15.06.1981.

STUDII PRIVIND SOLIBILIZAREA 4,4'-DIHIDROXIDIFENILSULFONEI

I. Obținerea de produse anionice

(Rezumat)

Arilsulfonele sînt materii prime importante în sinteza unor tananți sintetici și a altor produse ca de exemplu coloranți azoici, produși de ignifugare, de izolare în industria electrotehnică, auxiliari pentru finisare chimică textilă.

Ele sînt insolubile în apă la rece și în medii acide. Pentru industria tananților sintetici sînt necesare aril- sau hidroxiarilsulfone solubile în apă. S-a reușit solubilizarea 4,4'-dihidroxidifenilsulfonei prin sulfonare și prin metilsulfonare, obținindu-se produse solubile în apă.

Prin spectroscopie IR și RMN s-a confirmat structura produselor obținute.

OBTAINING OF POLYAMINOACIDES FROM COLLAGEN HYDROLYSATES BY AZIDE METHOD

BY

MIRCEA DAN BUCEVSCHI and GH. CHIRIȚĂ

1. Introduction. The information offered by literature regarding the synthesis of peptides and polypeptides [1,] [2] as well as the physico-chemical characteristics of the collagen hydrolysates [3] permitted an hypothesis to be advanced that the polypeptide fragments resulting by the unspecific hydrolysis of collagen may be coupled with each other in order to obtain macromolecular compounds of a new type, namely polyaminoacids. The polyaminoacids thus obtained may have different uses especially in leather and leather substitutes industry.

The synthesis is based on the formation of new peptide bonds between two aminoacid residues in two or several polypeptide chains so that different coupling modes similar to those for the synthesis peptides may be applied.

All the methods show some advantages and disadvantages and information on their application to the coupling of two macromolecular fragments are absent. In the present paper the possibilities and limitations of the azide method are discussed.

2. The Azide Method applied to the coupling of collagen hydrolysates involves the following steps:

- i) obtaining of a double-blocked derivative;
- ii) conversion of this derivatives into hydrazide by the hydrazinolysis of the esteric group;
- iii) azide formation by the action of nitrous acid on the hydrazide;
- iv) coupling with an agent of the free amine type.

The reaction techniques known for aminoacides cannot be applied to the collagen hydrolysates due to some difficulties owing especially to the macromolecular character of the starting material, the solubilities of the intermediates in water and organic solvents as well as to the stability of the peptide bond in the presence of strong acids during azide formation.

As regards to polypeptides chain to be submitted to the coupling reaction, an increase in the average molecular weight results in a diminished reactivity of the chemical functions and an increase in stability towards the hydrolytical action. The carboxyl-protected polypeptides are insoluble in organic solvents and in water at $\text{pH} > 7$ [4], while the N-protected ones are soluble in aqueous alkali medium only [5]. The double blocked collagen hydrolysates will be insoluble in organic solvents while

in water they will be characterized by a narrow pH range of either partial or total solubility depending on the blocking degree. Moreover, the ratio between the two protecting groups is essential for both hydrazinolysis and coupling stages.

Difficulties also arise in the stage of hydrazide function formation due to the rather low solubility of the double blocked derivatives in both water and alcohol. Consequently, the hydrazinolysis reaction cannot be carried out in homogeneous medium. Thus, the reaction in the heterogeneous system is the only possible technique.

For the coupling reactions on aminoacids different methods can be used, based on inorganic [6] and organic [7] nitrites, with aqueous systems as reaction medium also including organic solvents with a high acidity given by the hydrochloric acid, acetic acid or trifluoroacetic acid. Different complex reaction systems including N-bromo-succinimide, iodine, oxygenated water, silver oxide [8] etc. can also be used. The dimethylformamide is the most used solvent. In all cases the coupling proceeds in homogeneous medium and the azide separation is a distinct stage.

The application of the methods for the collagen hydrolysates are practically impossible due to the physico-chemical properties of the coupling agents. The coupling becomes possible by the adequate modification of these methods, the principal feature being the reaction proceeding in the gel phase.

By taking these facts into account in the present paper the polyaminoacids formation by the azide method is reported and the new obtaining compounds characterized.

3. Experimental. The collagen hydrolysates obtained by the hydrolysis of gelatin-leather in neutral medium of the physico-chemical characteristics given in [5] were used as starting material.

Three products denoted as H_1 , H_2 , H_3 differing in their average molecular weights were chosen for experiments.

3.1. Synthesis of double-blocked derivatives of collagen hydrolysates. The collagen hydrolysates were submitted firstly to the blocking of the carboxyl groups by esterification with C_2H_5OH by means of thionyl chloride as described in [1].

The resulting products are suspended in chloroform (the suspension concentration ranges between 5 and 25%). Benzoyl chloride is then added in a stoichiometrical amount with respect to the total NH_2 content of protein and triethylamine taken in a two fold stoichiometrical amount with respect to the total NH_2 content of protein, to the acylation agent. The reaction mixture is then brought to boiling and maintained for 3...5 hours, depending on the average molecular weight of the hydrolysate. Finally, the mixture is cooled to the room temperature and the solid portion filtered. The obtaining powder is washed three or four times with chloroform and then dried in vacuum at $60^\circ C$.

The content of the two blocking functions was estimated by the classical methods for ester and for the benzoyl residue.

3.2. Synthesis of hydrazide type compounds. 10 g of double-blocked derivative and 300 ml of anhydrous methylic alcohol are introduced in an Erlenmeyer flask of 500 ml provided with refrigerator and tube with $CaCl_2$.

The suspension thus obtained is brought to the methanol boiling temperature in order to dissolve a greater amount of the modified proteic material. After 30 minutes the suspension is cooled at the room temperature and two equivalents of 100% hydrazine hydrate taken with respect to the content of the ethoxy functions are added. When the reducing agent is added the phase soluble in alcohol precipitates with formation of a white suspension which is stirred continuously for another 24 hours. The obtained white solid product is then filtered, washed repeatedly with methanol and dried under vacuum.

The hydrolysis of esteric function was estimated quantitatively by the total nitrogen content. The reaction proceeding was also proved by its spectral measurements when the absorption band at 1720 cm^{-1} (characteristic of the double-blocked derivative) disappeared.

3.3. Synthesis of polyaminoacids. In a three-neck reaction vessel of 250 ml provided with stirred and thermometer, immersed in a warming-cooling bath, 10 g hydrazide of the H_2 hydrolysate with 0.572 m. mol/g C_6H_5-CO content and 100 ml dimethylformamide are introduced. The reaction mixture is cooled to 0°C and 3 ml of concentrated HCl added. After adding 5 ml of 2 M $NaNO_2$ solution the mixture is stirred for an hour. Finally triethylamine is added till the total consumption of HCl. Then 8 g of H_2 collagen hydrolysate and 5 ml water are introduced. The system is brought and maintained for 48 hours at 40°C under good stirring.

After separating the solid and the liquid phases each of them is treated with acetone, ether and chlorophorm so that the resulted solid products to contain only reagents and coupling products. The solid products were then treated with water at $\text{pH} = 2.5$ and the soluble and insoluble substance percentage and the benzoyl residue content estimated.

The reaction products resulting as soluble and insoluble phase in dimethylformamide were characterized for their reduced viscosity in 0.1 n ammonia solution by using an Ubbelohde viscosimeter with OA capillary. The soluble one in aprotic organic solvents was further characterized by IR spectroscopy as well as by the aminoacid composition, using an automatic aminoanalyser of the CHINOIN 975-type.

Table 1

C_2H_5-O and C_2H_5-CO contents (m. mol/g) of the double blocked collagen hydrolysates

Hydrolysate	C_2H_5-O	C_2H_5-CO
H_1	0.697	0.734
H_2	0.823	0.815
H_3	0.796	0.986

4. Results and Discussion. The contents of blocking functions for the N-acylated and esterified derivatives for the three hydrolysates under study are given in Table 1.

A higher acylation degree may be noticed compared to the case when the blocking is accomplished directly on the collagen hydrolysates by using the same methods in heterogeneous system. This fact might be explained by the effect of carboxyl group blocking which results in the modification of the content of zwitterion structures in comparison to that of the initial hydrolysate.

The content of hydrazide residues for the three collagen hydrolysates under study are given in Table 2.

Table 2

Content of hydrazide residues for the modified collagen hydrolysates

Hydrolysate	Ammonia total %	Ammonia total/ $\text{NH}-\text{NH}_2$ m. mol/g	$\text{CO}-\text{NH}-\text{NH}_2$ m. mol/g
H_1	17.74	13.95	0.64
H_2	17.83	14.13	0.705
H_3	17.66	14.08	0.735

The quantitative analysis data in Table 2 show that about 95% of the ester function were converted into hydrazide. However, the transformation degree is not absolute since the unesterified carboxyl group can also suffer the hydrazilolysis. For our study the content of hydrazide residues has a greater importance than the nature of the groups participating to the reaction.

The effect of the molecular weight is the expected one, namely the reactivity and the hydrazide residue content increase with decreasing length of the polypeptide chain.

By fractionating the coupling products in water of $\text{pH}=2.5$ and dosing the benzoyl residue content the data listed in Table 3 were obtained. The benzoyl residue contents of the four fractions show the azide coupling to proceed preferentially in homogeneous phase. The binding of

Table 3

Processing of reaction mass of coupling of azide of N-benzoyl derivative of H_2 hydrolysate with unmodified hydrolysate

Fractionation in water at $\text{pH} = 2.5$ Fractionation in DMF	Soluble		Insoluble	
	Weight %	$\text{C}_6\text{H}_5-\text{CO}$ m. mol/g	Weight %	$\text{C}_2\text{H}_5-\text{CO}$ m. mol/g
Soluble 64.4%*	58.6	0.137	41.4	0.463
Insoluble 26.6%*	8.7	—	91.3	0.385

* With respect to the total proteic material.

the peptide fragments takes place between molecular fractions of different lengths. This fact is confirmed by the almost equal percentages of the two fractions, the soluble and the insoluble ones in water at $\text{pH} = 2.5$ (from the product soluble in DMF). Besides, the rather low content of benzoyl residues attached in the soluble fraction and the decrease in the acyl residue content in the insoluble fraction prove the polypeptides of short lengths to be attached at long molecular fragments.

In the gel phase the benzoyl residue content indicates only polyaminoacid to be obtained. This could result from both the coupling of some large molecular fractions (an hypothesis supported by the rather low amount of proteic material with respect to the amount of 18 g introduced initially) and the binding of several increased fragments in the solution (an hypothesis supported by the modification in time of the reaction mixture turbidity).

The mechanism advanced for the polyaminoacid formation is also confirmed by the rheological behaviour of 0.1 n ammonia solutions containing about 1% dried substance prepared with solid substances resulted from the two phases of the reaction mixture. The experimental results are depicted in Fig. 1.

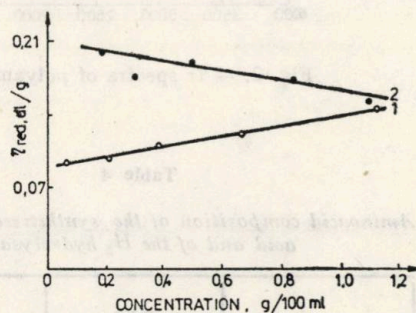


Fig. 1. — Variation of reduced viscosity versus concentration for : 1 — polyaminoacid soluble in DMF ; 2 — polyaminoacid insoluble in DMF.

The products separated from the solution represent polyaminoacids although they are characterized by rather low intrinsic viscosity. If the coupling would not take place, the intrinsic viscosity of the product would be of 0.5...0.6 dl/g, similar to that of the benzoyl derivatives.

The product insoluble in DMF shows a $\eta_{red} - C$ dependence which confirms the synthesis of a linear macromolecular compound with a chain information of a rigid stick shape. The low value of the intrinsic viscosity indicates that no more than three chains participated to the coupling which might be explained by the instability of the azide function.

From the economical point of view only the product separated from the liquid phase of the reaction mass is important. This product was characterized by means of the analysis for the aminoacid composition as well as by its spectral measurements (Fig. 2).

The flattened absorption within the $1650...1100 \text{ cm}^{-1}$ range is indicative of a molecular weight of the synthesis product higher than that of the starting material.

As can be seen in Table 4, the polyaminoacid and the hydrolysate do not differ significantly in their aminoacid composition. The deviations noticed are insignificant and support the hypothesis on the binding mode of the polypeptide fragments.

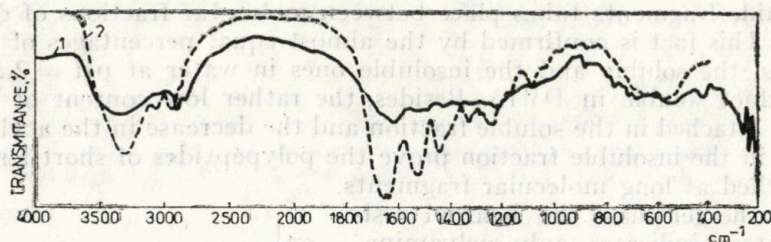


Fig. 2. — Ir spectra of polyaminoacid (1) and collagen hydrolysate (2).

Table 4

Aminoacid composition of the synthesized polyaminoacid and of the H_2 hydrolysate

Aminoacid	PAA m.mol/g	H_2 m.mol/g
Gly	3.25	3.28
Ala	0.84	0.77
Val	0.14	0.11
iLe + Leu	0.21	0.22
Ser	0.28	0.31
Thr	0.07	0.06
Asp	0.45	0.46
Glu	0.61	0.68
Lys	0.18	0.17
His	0.02	0.02
Arg	0.51	0.42
Met	0.03	0.05
Phe	0.07	0.08
Tyr	0.02	0.02
Pro	0.98	1.02
Hyp	0.87	0.87

5. Conclusions. 1. Synthesis of the double-blocked derivatives of the collagen hydrolysates was carried out in heterogeneous system. By acylation a higher benzoyl residue content was attained in comparison with the protection in unesterified phase.

2. The hydrazides of collagen hydrolysates were obtained with 95 % conversion degree of the esteric groups.

3. Polyaminoacids were obtained by the azide method which was confirmed by the benzoyl residue content, reduced viscosity, its spectral measurements and aminoacid composition data. The coupling takes place between-

fragments of different lengths. The maximum amount of product is soluble in dimethylformamide.

Received April 4, 1983

Polytechnic Institute, Jassy,
Department of Leather Technology

REFERENCES

1. Kapoor A., J. Pharm. Sci., 1, 1 (1970).
2. Klausner Y. S., Bodanszky M., Synthesis, 9, 453 (1972).
3. Trandafir V., Cioca Gh., Bârțan M., Ind. Ușoară, 6, 247 (1975).

4. Bucevschi D., Chiriță Gh., Bul. Inst. polit. Iași, **XXVIII (XXXII)**, 1-4, s. VI, (1982).
5. Bucevschi D., Chiriță Gh., Al. II-lea Simpozion național de piele și înlocuitori de piele, Iași, 1980, p. 381.
6. Medzihradsky K., Acta Chim., Acad. Sci. Hung., **30**, 105 (1962).
7. Honzl J., Rudinger J., Coll. Czech. Chem. Commun., **26**, 2333 (1961).
8. Prochazka Z., Jost K., Coll. Czech. Chem. Commun. **4**, 1305 (1980).

OBȚINEREA POLIAMINOACIZILOR DIN HIDROLIZATE DE COLAGEN PRIN METODA AZIDEI

(Rezumat)

Se prezintă obținerea unor compuși de tip poliaminoacid prin cuplarea fragmentelor polipeptidice aparținând hidrolizatelor de collagen prin intermediul metodei azidei. Formarea polimerului se dovedește cu ajutorul metodei viscozimetrice și a spectroscopiei în IR.

OPTIMISATION DE LA TEINTURE DES TISSUS MIXTES FIBRES POLYÉSTÉRIQUES—FIBRES CELLULOSIQUES AVEC DES COLORANTS DE DISPERSION ET SUBSTANTIFS

SÉLECTION DES COLORANTS SUBSTANTIFS

PAR

TANIA FORST, ROMEN BUTNARU et RODICA MUREȘAN

1. Introduction. La teinture des matériaux mixtes pose des problèmes particuliers en ce qui concerne la sélection des colorants et la découverte des paramètres optimaux de travail, pour obtenir des rendements et des résistances supérieures en conditions d'économicité maximale du processus.

Pour teindre la composante polyesterique, le procédé le plus utilisé est celui des hautes températures ; la seconde composante, la fibre cellulosique, peut être teinte ultérieurement ou simultanément, cette dernière modalité permettant l'abrégement de la durée du processus.

Le comportement des colorants de dispersion aux températures supérieures de 100°C (125...130°C) est mieux connu que celui des colorants directs. Pourtant, dans le cas de ces derniers-ci peuvent être signalées quelques influences, comme sont: la désagrégation des particules associées, l'accroissement de la vitesse de diffusion du colorant dans la fibre comme suite de l'agitation thermique, ce que représente en dernière instance une vitesse plus grande de teinture, outre l'avantage d'une teinture plus pénétrée [1]. D'autre part, l'augmentation de l'énergie cinétique des particules de colorant exerce aussi une influence positive sur le phénomène contraire à la sorption — la désorption — donc sur la migration et l'uniformisation de la teinture.

L'effet négatif des hautes températures sur les colorants substantifs, notamment la diminution de l'intensité de la teinture par la favorisation de la désorption, peut être corrigé en finissant le processus à une température plus basse et en ajoutant une quantité supplémentaire d'électrolyte [2].

Mais le problème principal qui se pose à l'application des colorants substantifs à hautes températures est celui de leur stabilité ; et sous cet aspect-ci, les colorants substantifs ont été divisés en trois catégories : colorants stables à températures entre 120 et 130°C, même en présence des alcalis ; colorants qui en absence des alcalis, ne sont pas sensiblement influencés à ces températures, mais qui se décomposent en milieu alcalin et neutre ; colorants qui se décomposent en milieu alcalin.

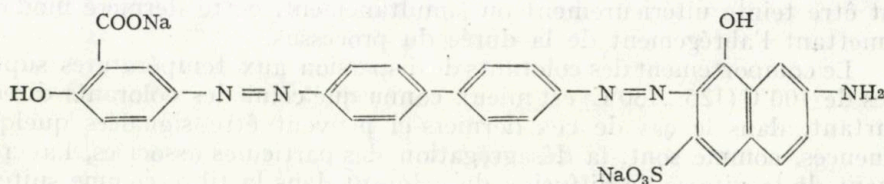
On a établi une corrélation entre la structure des colorants et leur stabilité ; les colorants benzidiniques disazoïques et les colorants stilbéniques ont une stabilité remarquable aux températures au dessus de 100°C, pendant que les colorants qui dérivent de l'acide carbonil J sont moins stables [4].

Les processus chimiques secondaires qui ont lieu sont complexes et les renseignements de la littérature contradictoires. Pendant le chauffage d'une solution aqueuse de colorant azoïque se produisent des désagréations des molécules associées, des déplacements de l'équilibre tautomère cis-trans, des réactions d'hydrolyse, oxidation et réduction [4]. Les colorants parasites ont aussi un rôle significatif en ce qui concerne la dégradation de la couleur, et leur présence peut expliquer les comportements différents des colorants obtenus par des producteurs divers ayant la même structure chimique.

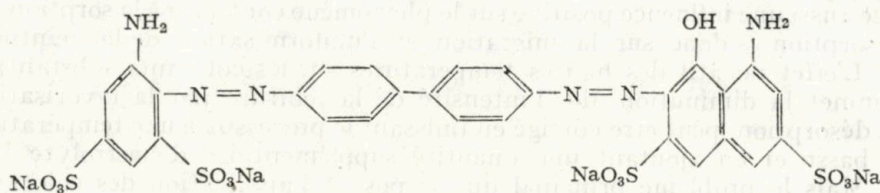
2. Partie expérimentale. L'étude présente a pour but l'optimisation de la teinture des tissus mixtes fibres polyesteriques—fibres cellulósiques à colorants de dispersion et substantifs à hautes températures, en étudiant le comportement des colorants substantifs dans les conditions de la teinture de la composante polyesterique (température, pH, dispersateur) et les conditions spécifiques pour l'application des colorants substantifs (électrolyte). On a choisi quatre colorants directs, trois d'entre eux étant recommandés par la littérature pour la teinture à hautes températures (colorants 1, 2 et 3) et pour le dernier on a essayé de trouver les conditions dans lesquelles il pourrait tout de même être appliqué.

Les colorants substantifs étudiés sont :

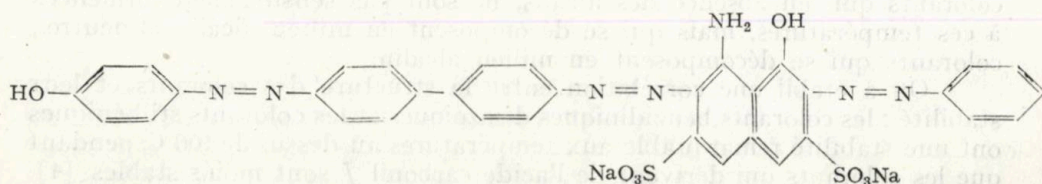
1. C.I. Direct Brown 2-22311



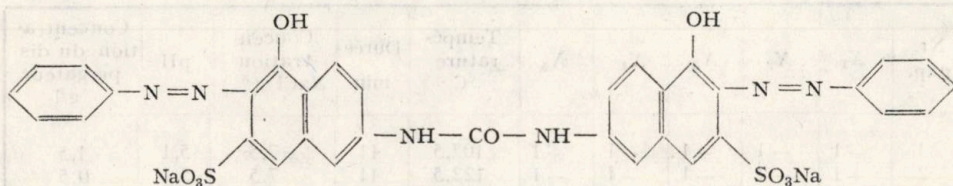
2. C.I. Direct Blue 6-22610



3. C.I. Direct Green 1-30280



4. C.I. Direct Orange 26-29150



On a employé pour la teinture un tissu de coton blanchi et les essais ont été effectués sur un appareil à teindre de laboratoire (Linitest).

Le grand nombre de paramètres aurait conduit, selon les méthodes classiques d'expérimentation, à un nombre trop grand d'expériences; tenant compte de cette considération, on a utilisé la programmation linéaire [5]...[7].

Les paramètres envisagés ont été :

X_1 — température : 0...130°C

X_2 — durée : 30...70 minutes

X_3 — concentration de NaCl : 0...30 %

X_4 — pH : 4,5...7 (réalisé avec une solution tampon d'acide citrique et phosphate dissodique)

X_5 — concentration du dispersateur (Dispersil WS) : 0...2g/l.

La concentration du colorant et l'hydromodule ont été maintenus constants (3% colorant, Hm 1 : 50).

Par la variation de ces paramètres on a étudié les indices suivants :

Y_1 — écart de la couleur (E)

Y_2 — intensité de la teinture ($R\%$)

Y_3 — résistance au lavage — décoloration de l'échantillon teint

Y_4 — résistance au lavage — dégorgement sur coton

Y_5 — résistance au lavage — dégorgement sur coton polyester

Y_6 — résistance au frottement humide — décoloration de l'échantillon teint

Y_7 — résistance au frottement humide — dégorgement sur coton

Y_8 — résistance à la transpiration — décoloration de l'échantillon teint

Y_9 — résistance à la transpiration — dégorgement sur coton

Y_{10} — résistance à la transpiration — dégorgement sur coton-polyester

Y_{11} — résistance au repassage humide — décoloration de l'échantillon teint

Y_{12} — résistance au repassage humide — dégorgement sur coton humide

Y_{13} — résistance au repassage humide — dégorgement sur coton sec.

L'écart de la couleur et l'intensité de la teinture ont été mesurés sur un électrophotocolorimètre type Elrepho. Pour déterminer l'écart de la couleur on a utilisé la formule Adams-Nickerson, et les résultats ont été exprimés en unités AN (42), tandis que l'intensité de la teinture a été exprimée par remission pourcentuelle. Les résistances des teintures ont été déterminées conformément aux standards en vigueur.

Le plan de travail utilisé et les paramètres concrets de travail sont présentés dans le Tableau 1. Les données expérimentales obtenues pour les quatre colorants étudiés sont inscrites dans les Tableaux 2...5. Confor-

Tableau 1

Nr. exp.	X_1	X_2	X_3	X_4	X_5	Température °C	Durée min	Concentration NaCl (%)	pH	Concentration du disperseur g/l
1	-1	-1	-1	-1	+1	107,5	41	7,5	5,1	1,5
2	+1	-1	-1	-1	-1	122,5	41	7,5	5,1	0,5
3	-1	+1	-1	-1	-1	107,5	63	7,5	5,1	0,5
4	+1	+1	-1	-1	+1	122,5	63	7,5	5,1	1,5
5	-1	-1	+1	-1	-1	107,5	41	22,5	5,1	0,5
6	+1	-1	+1	-1	+1	122,5	41	22,5	5,1	1,5
7	-1	+1	+1	-1	+1	107,5	63	22,5	5,1	1,5
8	+1	+1	+1	-1	-1	122,5	63	22,5	5,1	0,5
9	-1	-1	-1	+1	-1	107,5	41	7,5	6,37	0,5
10	+1	-1	-1	+1	+1	122,5	41	7,5	6,37	1,5
11	-1	+1	-1	+1	+1	107,5	63	7,5	6,37	1,5
12	+1	+1	-1	+1	-1	122,5	63	7,5	6,37	0,5
13	-1	-1	+1	+1	+1	107,5	41	22,5	6,37	1,5
14	+1	-1	+1	+1	-1	122,5	41	22,5	6,37	0,5
15	-1	+1	+1	+1	-1	107,5	63	22,5	6,37	0,5
16	+1	+1	+1	+1	+1	122,5	63	22,5	6,37	1,5
17	-2	0	0	0	0	100	52	15	5,75	1
18	+2	0	0	0	0	130	52	15	5,75	1
19	0	-2	0	0	0	115	30	15	5,75	1
20	0	+2	0	0	0	115	75	15	5,75	1
21	0	0	-2	0	0	115	52	0	5,75	1
22	0	0	+2	0	0	115	52	30	5,75	1
23	0	0	0	-2	0	115	52	15	4,5	1
24	0	0	0	+2	0	115	52	15	7	1
25	0	0	0	0	-2	115	52	15	5,75	0
26	0	0	0	0	+2	115	52	15	5,75	2
27	0	0	0	0	0	115	52	15	5,75	1
28	0	0	0	0	0	115	52	15	5,75	1
29	0	0	0	0	0	115	52	15	5,75	1
30	0	0	0	0	0	115	52	15	5,75	1
31	0	0	0	0	0	115	52	15	5,75	1
32	0	0	0	0	0	115	52	15	5,75	1

mément à ces données on a calculé les équations de régression, spécialement pour l'écart de la couleur et pour l'intensité de la teinture. Les équations obtenues ont la forme suivante :

$$\begin{aligned}
 Y = & b_0 + b_1 X_1 + b_2 X_2 + b_3 X_3 + b_4 X_4 + b_5 X_5 + b_{11} X_1^2 + b_{22} X_2^2 + b_{33} X_3^2 + \\
 (1) \quad & + b_{44} X_4^2 + b_{55} X_5^2 + b_{12} X_1 X_2 + b_{13} X_1 X_3 + b_{14} X_1 X_4 + b_{15} X_1 X_5 + \\
 & + b_{23} X_2 X_3 + b_{24} X_2 X_4 + b_{25} X_2 X_5 + b_{34} X_3 X_4 + b_{35} X_3 X_5 + b_{45} X_4 X_5.
 \end{aligned}$$

Pour exemplifier, la fig. 1 présente un diagramme pour le colorant vert, qui représente la variation de l'écart de la couleur en fonction des paramètres de travail.

Selon les données présentées dans ces tableaux-ci résultent les faits suivants :

Tableau 2

Indices du colorant C.I. Direct Brown 2-22311

N ^o exp.	Y ₁	Y ₂	Y ₃	Y ₄	Y ₅	Y ₆	Y ₇	Y ₈	Y ₉	Y ₁₀	Y ₁₁	Y ₁₂	
1	6,76	26,2	4-5	1-2	2-3	5	1-2	4-5	2-3	2-3	5	3-4	3-4
2	10,28	31,4	4	1-2	2-3	5	1-2	4-5	2-3	2	5	3	3
3	10	31	4	1-2	2-3	4-5	2	4-5	2-3	2-3	5	4	4
4	5,92	25,45	4-5	1-2	2-3	5	2	4-5	2	2-3	5	4	3-4
5	1,8	20,8	5	1-2	2-3	4-5	1-2	4	2	2	5	3	3
6	6,76	27,3	4-5	1-2	2-3	4-5	1-2	4	2	2	5	3	3
7	9,2	28,4	4	1-2	2-3	4-5	1-2	4-5	2	2	5	4	4
8	10	28,05	4-5	1-2	2-3	4-5	1-2	4-5	2	2	5	3	2
9	2,32	19,15	5	1-2	2-3	4-5	2-3	4	3	2-3	5	3-4	2
10	2,92	20,6	4	1-2	2-3	4	2	4	2-3	2	5	3	2
11	2,72	19,15	5	1-2	2-3	4-5	2-3	4	2-3	2-3	5	3	2
12	4,2	21,15	4-5	1-2	2-3	4-5	2	4-5	2-3	2-3	5	3-4	2
13	2,664	18,9	4-5	1-2	2-3	4-5	2-3	4-5	2-3	2-3	5	3	2
14	7,28	24,2	4-5	1-2	2-3	4	2-3	4	2-3	2	5	3-4	2
15	2,52	18,65	4	1-2	2-3	4-5	2-3	4-5	2-3	2	5	3	2
16	3,08	20,4	5	1-2	2-3	4	2	4	2-3	2-3	5	3	2
17	0	18	4-5	1-2	2-3	4-5	2	4	3	2-3	5	4	3
18	10,8	31,9	5	1-2	2-3	4-5	1-2	4-5	3	2-3	5	4	3
19	2,8	19,95	4-5	1-2	2-3	4-5	2-3	4	2-3	2	5	3	3
20	5,2	19,5	5	1-2	2-3	4-5	2	3-4	2-3	2	3	3	2
21	2,6	19,45	4-5	1-2	2-3	4-5	2	3-4	2-3	2-3	5	3-4	2
22	1,868	18,6	5	1-2	2-3	4-5	2	4	2-3	2	5	3	2-3
23	17,88	42	4	1-2	2-3	4-5	1-2	3-4	3	2	5	4	4
24	5,72	23,9	4-5	1-2	2-3	4-5	2	4-5	3	2-3	5	4	3-4
25	0,97	17,4	5	1-2	2-3	4-5	2	4	2-3	2	5	3	2
26	0,64	17,5	5	1-2	2-3	4-5	2	4	2-3	2	5	3	2
27	1,24	18,8	5	1-2	2-3	4-5	2	3-4	2-3	2	5	3	2
28	1,48	18,65	4-5	1-2	2-3	4-5	2	4	2-3	2	5	3-4	2-3
29	1,76	19,2	4-5	1-2	2-3	4-5	2	4	2-3	2	5	3-4	2
30	1,8	19,5	4-5	1-2	2-3	4-5	2	4	2	2	5	3-4	2
31	2,12	19,2	5	1-2	2-3	4-5	2	4	2-3	2-3	5	3	2
32	2,08	19,6	4-5	1-2	2-3	4-5	2	4	2-3	2	5	3	2

a) Généralement, les résistances des teintures pour tous les quatre colorants étudiés sont les mêmes, ou se modifient très peu (0,5...1 unités) par rapport à la teinture à 100°C, donc sous cet aspect la teinture à haute température ne diminue pas la qualité.

b) En ce qui concerne l'écart de la couleur et l'intensité de la teinture, on a constaté : pour le colorant brun, l'écart minimal et l'intensité maximale sont obtenus à la température de 115°C. Mais si on accepte une différence plus grande de couleur, entre limites admises (2,92...3,08) et des intensités plus faibles (20,4...21,75 %) par rapport à la teinture à 100°C, on peut aussi teindre à environ 122°C, 40...60 minutes, les résistances restant inchangées.

c) L'addition optimale d'électrolyte est de 15 %, le pH de 5,75, et la concentration de Dispersil de 2 g/l.

Tableau 3

Indices du colorant C.I. Direct Blue 6-22610

Nr. exp.	Y ₁	Y ₂	Y ₃	Y ₄	Y ₅	Y ₆	Y ₇	Y ₈	Y ₉	Y ₁₀	Y ₁₁	Y ₁₂	Y ₁₃
1	2,08	25,05	3-4	1	2	3-4	4-5	4-5	3	3	4-5	2	2
2	2,28	26,75	4	1	2	3-4	4	4	3	2	4	2	2
3	0,68	26,4	3-4	1	2	3	4	4	3	3	4	2	2
4	3	28,1	4	1	2	3	4-5	4	3	2	4-5	2	2
5	3,4	24,85	3-4	1	2	4	4-5	4	3	2	4	2	2
6	2,32	27,3	4-5	1	2	3	4-5	4-5	3	3	4-5	2-3	3
7	1,04	25,5	3-4	1	2-3	4	4-5	5	3	3	4	2	2
8	2,44	28,1	4-5	1	2-3	3-4	4-5	4	3	3	4	2	2
9	3,04	26,9	3-4	1	2	3-4	4-5	4	3	2	4	1-2	2
10	5,6	30,1	4-5	1	2	3-4	4-5	4-5	3	2	4-5	3	2-3
11	1	25,5	3-4	1	2	3	4-5	5	3	2	4	2-3	2
12	2,48	27,1	4-5	1	2	4	4-5	4-5	3	2	4-5	2-3	3
13	6	25,9	4-5	1	2	3-4	4-5	4-5	3	2	4-5	3	3
14	3,28	27,45	4	1	2-3	3-4	4-5	4	3	3	4-5	3	3
15	2,85	29,4	4-5	1	2-3	3-4	4-5	4	3	3	4-5	3	3
16	5,68	25,35	4-5	1	2-3	3	4-5	4-5	3	3	5	3	3
17	0	29,6	4-5	1	2-3	3-4	4-5	4	3	3	5	3	3
18	3,6	27,8	3-4	1	2-3	3-4	4-5	4	3	2	5	3	3
19	2,88	28,5	3-4	1	2-3	3-4	4-5	4	3	2	5	3	3
20	5,4	26,3	4-5	1	2-3	4	4-5	4	3	2	4-5	3	3
21	6,32	26,75	4-5	1	2-3	3-4	4-5	4	3-4	2	5	3	3
22	2,16	26,9	4-5	1	2-3	3-4	4-5	4-5	3-4	3	5	3	3
23	3,16	26,45	4-5	1	2	3-4	4-5	4	3-4	3	5	3	3
24	3,68	28,45	4-5	1	2	4	4-5	4	3-4	2	5	3	3
25	3,04	28,35	4	1	2	3	4-5	4	3-4	2	4-5	3	3
26	1,28	26,2	4-5	1	2-3	3-4	4-5	4	3-4	2	5	3	3
27	7,28	27	4-5	1	2	4	4-5	4	3-4	2	5	3	3
28	1,92	27,1	4-5	1	2	4	4-5	4	3-4	2	5	3	3
29	2,68	27,4	4-5	1	2	4	4-5	4-5	3-4	3	5	3	3
30	2,16	27,35	4-5	1	2-3	4	4-5	4-5	3-4	3	5	3	3
31	1,88	27,2	4	1	2-3	4	4-5	4-5	3	2	5	3	3
32	2,6	27,4	4	1	2-3	4	4-5	4-5	3	2	5	3	3

On peut conclure que pour le colorant brun les plus importants paramètres qui déterminent les plus grandes variations des principaux caractéristiques étudiées sont la température et le pH.

Pour le colorant bleu, les écarts de couleur par rapport à la teinture à 100°C sont insignifiants ; la teinture à 100°C présente un écart de 3,6 unités AN, pendant que l'intensité est même plus grande (27,8 % vis-à-vis de 29,6 %). Cette teinture correspond à une durée d'environ 50 minutes, 15 % NaCl, pH=5,75 et 1 g/l Dispersil. On peut faire les mêmes observations pour le colorant vert.

En ce qui concerne le colorant orange, celui-ci présente les plus grands écarts de couleur pour la teinture à températures plus hautes que 100°C, au dessus des limites acceptées. L'intensité de la teinture est aussi d'autant plus faible, que la température augmente.

Tableau 4

Indices du colorant C.I. Direct Green 1-30280

Nr. exp.	Y ₁	Y ₂	Y ₃	Y ₄	Y ₅	Y ₆	Y ₇	Y ₈	Y ₉	Y ₁₀	Y ₁₁	Y ₁₂	Y ₁₃
1	4,65	56,44	4	2	2-3	4-5	2-3	3	3	5	5	4	5
2	5,375	47,2	4	2	2-3	4-5	2	3	3	4-5	5	4	5
3	5,925	63,36	4-5	2	2-3	3-4	2-3	3	3	5	5	4	5
4	5,4	55,4	4-5	2	2-3	3-4	2	3	3	4-5	5	4	5
5	4,925	44,72	4	2	2-3	3-4	2-3	3	3	4	5	4	5
6	5,075	43,88	3-4	2	2-3	4	2	3-4	3	4-5	4	3-4	5
7	6,175	69,08	5	2	2-3	3-4	2-3	3-4	3	5	5	4	5
8	5,35	52,04	4-5	2	2-3	3-4	2	3	3	4-5	5	4	5
9	4,35	42,4	4	2	2-3	3-4	2	3	3	4	3-4	3-4	5
10	5,15	61,68	3-4	2	2-3	4	2-3	3-4	3	4-5	4	3-4	5
11	5,75	62,4	4	2	2-3	4	2-3	3-4	3	4-5	3-4	3-4	5
12	5,4	51,08	4	2	2-3	4	2-3	3	3	5	4	4	5
13	4,975	35,72	4-5	2	2-3	4	2	3	3	4-5	3-4	3-4	5
14	5,15	48,22	3-4	2	2-3	4-5	2	3-4	3	4-5	4	3-4	5
15	6,1	67,76	4-5	2	2-3	4	2-3	3-4	3	5	3-4	3-4	5
16	5,325	52,48	4	2	2-3	3-4	2-3	3-4	3	4-5	4	4	5
17	0	3,7	4	2	2-3	4-5	2-3	4	3-4	4-5	4-5	4	5
18	4,175	29,28	4	2	2-3	3-4	2	4	3-4	4	5	4	5
19	4,10	33,64	4	2	2-3	3-4	2	4	3-4	5	4-5	4	5
20	4	35,84	3-4	2	2-3	4	2-3	3-4	3-4	4-5	4-5	3-4	5
21	4	35,72	3-4	2	2-3	4	2-3	3-4	3-4	5	5	4	5
22	4,325	26,1	4	2	2-3	4-5	2-3	4	3-4	4-5	4-5	4	5
23	4,55	36,38	4	2	2-3	4	2-3	3-4	3-4	5	5	4	5
24	5,85	70,32	4	2	2-3	4	2-3	3-4	3-4	4-5	5	4	5
25	4,4	26	4	2	2-3	4	2	3-4	3-4	4	5	4	5
26	4,62	37,84	4	2	2-3	4	2	3-4	3-4	5	5	4	5
27	4,5	50,52	4	2	2-3	4	2	3-4	3	4-5	4	4	5
28	4,35	38,68	4	2	2-3	4	2	3-4	3	4-5	4-5	3-4	5
29	4,8	37,28	4	2	2-3	4	2-3	3	3	4-5	4	3-4	5
30	4,82	38,52	4	2	2-3	4	2	3	3-4	4-5	4	3-4	5
31	4,75	40,58	4-5	2	2-3	4	2	3	3	4-5	3-4	3-4	5
32	4,67	36,88	4	2	2-3	4	2	3	3	4-5	3	3	5

Selon ce qu'on a spécifié au début, l'étude a pour but d'établir les conditions optimales du point de vue des colorants substantifs pour qu'elles coïncident avec celles imposées aux colorants de dispersion, donc, en premier lieu une température d'environ 125°C. Pour trouver ces conditions, on a codifiée cette température et on l'a introduite dans les équations qui représentent l'écart de couleur et l'intensité, considérés comme critères principaux. Les équations obtenues ont été représentées dans les figs. 2...17, en poursuivant la variation de l'écart de couleur et de l'intensité en fonction de la durée pour une gamme de pH et de concentrations de NaCl. On a choisi pour variables ces paramètres, en tenant compte des critères économiques — une durée minimale nécessaire et suffisante pour une teinture de qualité et un épuisement maximal du colorant substantif.

Tableau 5

Indices du colorant C.I. Direct Orange 26-29150

Nr. exp.	Y_1	Y_2	Y_3	Y_4	Y_5	Y_6	Y_7	Y_8	Y_9	Y_{10}	Y_{11}	Y_{12}	Y_{13}
1	10	30,75	4-5	1-2	2-3	4-5	2	5	2	2-3	5	4-5	5
2	10,2	36,3	4	1-2	2-3	4-5	2-3	4-5	1	1	5	4-5	5
3	32,72	33,75	4-5	1-2	2-3	4	2-3	4-5	2	2-3	5	4-5	5
4	10,64	38,85	4	1-2	2-3	4	2-3	4	2	2-3	5	5	5
5	32	29,9	4-5	1-2	2-3	4	2	4-5	2	1	5	5	5
6	29,2	24,6	3-4	1-2	2-3	4-5	2	4	1-2	1	5	5	5
7	31,16	30,85	4	1-2	2-3	4-5	2	5	2	2-3	5	5	5
8	29,88	35,3	4	1-2	2-3	4	2-3	4-5	2	1	5	5	5
9	31,84	29,3	4-5	1-2	2-3	4	2	5	2	1	4-5	5	5
10	32,48	35,35	3-4	1-2	2-3	4	2-3	4	1	1	4-5	5	5
11	33,8	31,7	4	1-2	2-3	4	2	4-5	2	2-3	5	3-4	3-4
12	28,8	39,25	4	1-2	2-3	4	2-3	4	1-2	1	5	4	4
13	33,64	29,9	4-5	1-2	2-3	4	2	4-5	2	2-3	5	4	4
14	11,52	34,4	3-4	1-2	2-3	4	2	4-5	1	1	5	4	4-5
15	32,4	31,7	4	1-2	2-3	4-5	2	4-5	2	2-3	5	4	4-5
16	30,24	36,75	4	1-2	2-3	4	2-3	4-5	2	1	5	4	4
17	0	29,2	4	1-2	2-3	4-5	2	4	4	4	5	3-4	4
18	24,2	41,45	3-4	1-2	2-3	4-5	2-3	4-5	1	1	5	4	4-5
19	31,79	35	4	1-2	2-3	4-5	2	4-5	4	4	5	4-5	5
20	29,98	32,7	4	1-2	2-3	4-5	2	4-5	2	2-3	5	3-4	4
21	30,88	31,85	4	1-2	2-3	5	2-3	5	1-2	2	5	3-4	4
22	33,2	29,1	4	1-2	2-3	4-5	2	5	1-2	1	5	3-4	4
23	30,52	32,3	4	1-2	2-3	4-5	2	4-5	2	2-3	5	3-4	4
24	30,2	32,75	4	1-2	2-3	4-5	2	4-5	2	2	5	3-4	4
25	27,7	33,85	4	1-2	2-3	4-5	2-3	4-5	2	2-3	5	4-5	5
26	31,24	32,9	4-5	1-2	2-3	4-5	2	4	1	2	5	3-4	4-5
27	29,48	33,45	4-5	1-2	2-3	4-5	2	4-5	2	2	5	3-4	4
28	30,52	33,35	4-5	1-2	2-3	4-5	2	4	2	1	5	3-4	5
29	30,48	33,75	4	1-2	2-3	4-5	2	4-5	2	1	5	3-4	4-5
30	29,68	33,85	4-5	1-2	2-3	4-5	2	4	2	2	5	4	4
31	31,56	33,9	4-5	1-2	2-3	4-5	2	4	2	2-3	5	4	5
32	30,76	30,15	4	1-2	2-3	4-5	2	4-5	2	2	5	4	5

Pour le colorant brun (125°C et 30 minutes) le plus petit écart de couleur et la plus grande intensité est obtenue au pH=5,75 et à une addition d'électrolyte de 30 % (figs. 2...5). On constate en même temps que dans ces conditions de travail, le prolongement de la durée de teinture influence en moindre mesure les paramètres étudiés.

Dans le cas du colorant bleu, à 125°C on observe un accroissement de l'intensité et un écart de couleur minimal à un pH acide (4,5) et à une grande concentration d'électrolyte (30 %) (figs. 6...9).

Pour le colorant vert, dans les conditions d'une température de 125°C, on peut observer dans les figs. 10...13 que par une addition d'électrolyte de 22,5 % on obtient l'intensité maximale et l'écart de couleur minimal, ces conditions permettant en même temps l'abrégement substantiel de la durée

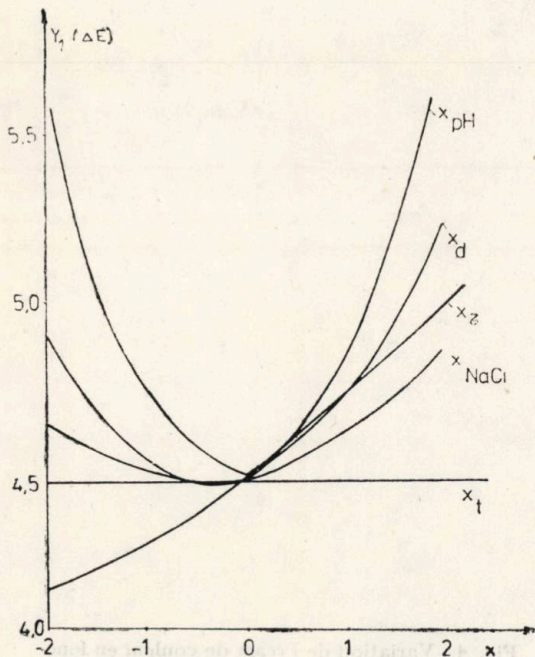


Fig. 1 — Variation de l'écart de la couleur en fonction des paramètres de travail (C. I. Direct Green 1—30280).

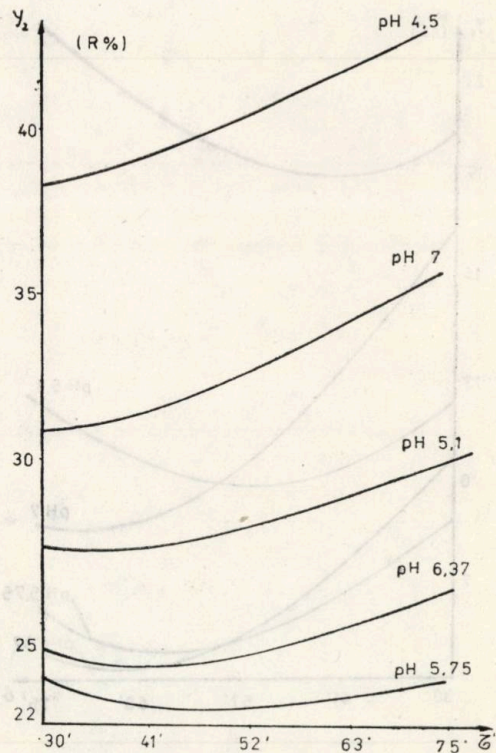


Fig. 2 — Variation de l'intensité de la teinture en fonction de la durée pour une gamme de pH 4,5...7 (C. I. Direct Brown 2—22311).

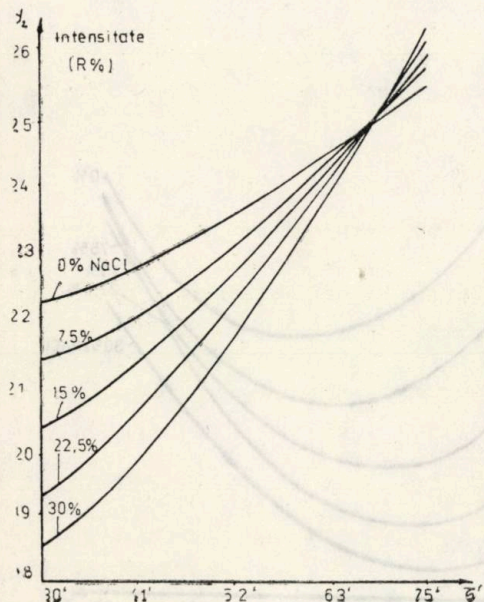


Fig. 3 — Variation de l'intensité de la teinture en fonction de la durée pour diverses concentrations de NaCl (C. I. Direct Brown 2—22311).

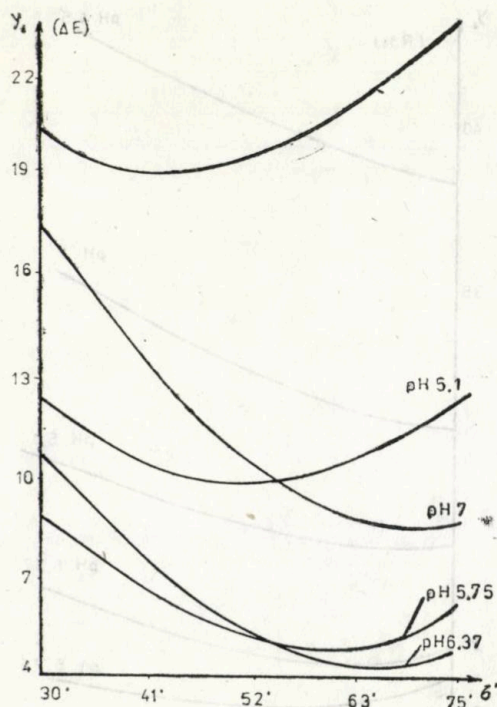


Fig. 4—Variation de l'écart de couleur en fonction de la durée pour une gamme de pH 4,5...7 (C. I. Direct Brown 2-22311).

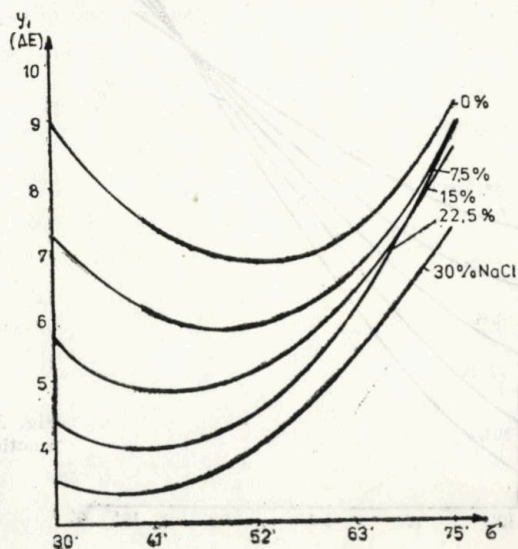


Fig. 5 — Variation de l'écart de couleur en fonction de la durée pour diverses concentrations de NaCl (C. I. Direct Brown 2-22311).

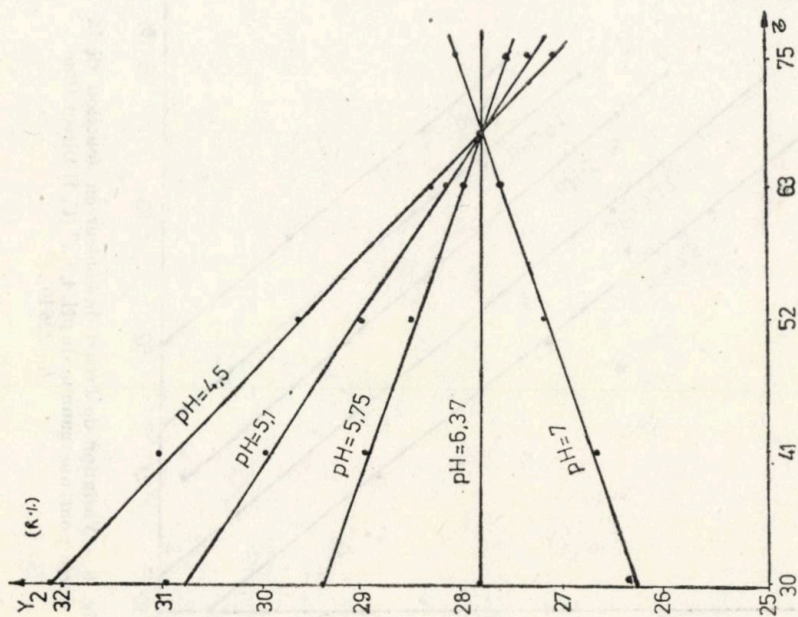


Fig. 6 — Variation de l'intensité de la teinture en fonction de la durée pour une gamme de pH 4,5...7 (C. I. Direct Blue 6—226 10).

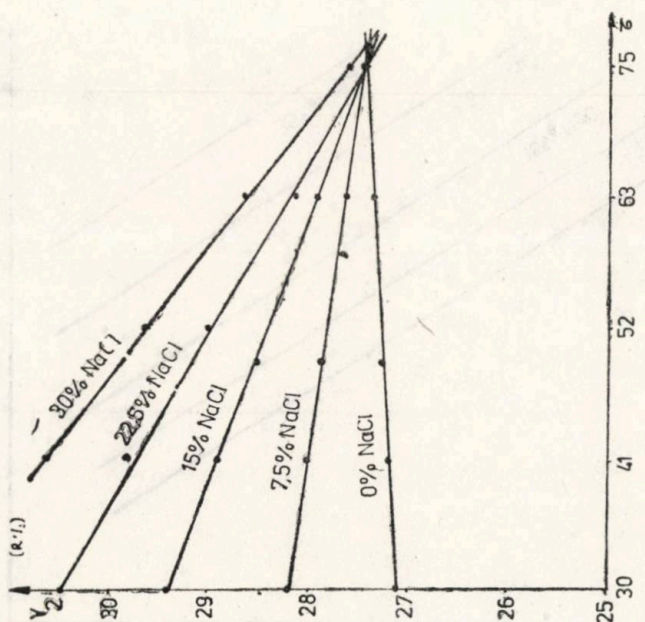


Fig. 7 — Variation de l'intensité de la teinture en fonction de la durée pour diverses concentrations de NaCl (C. I. Direct Blue 6—226 10).

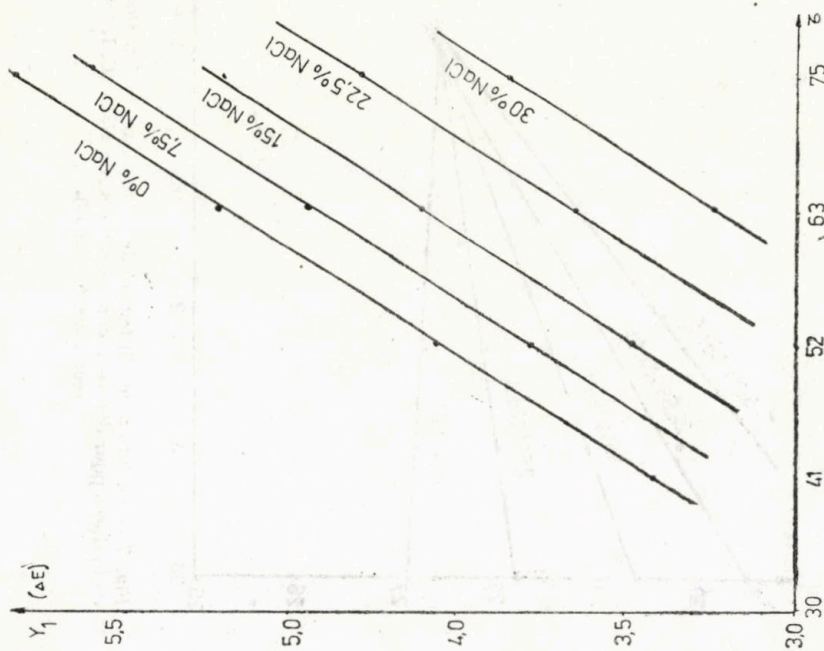


Fig. 9 — Variation de l'écart de couleur en fonction de la durée pour diverses concentrations de NaCl (C. I. Direct Blue 6—22610).

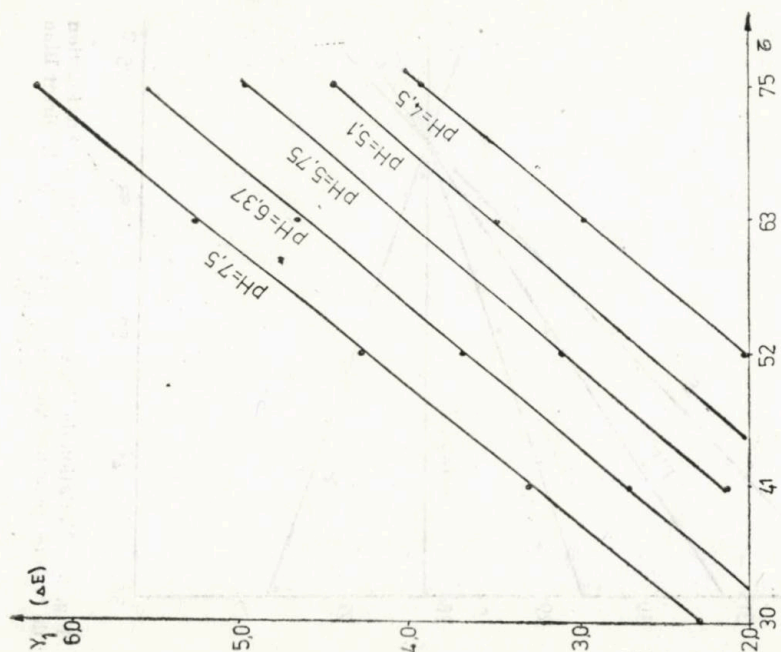


Fig. 8 — Variation de l'écart de couleur en fonction de la durée pour une gamme de pH 4,5...7 (C. I. Direct Blue 6—22610).

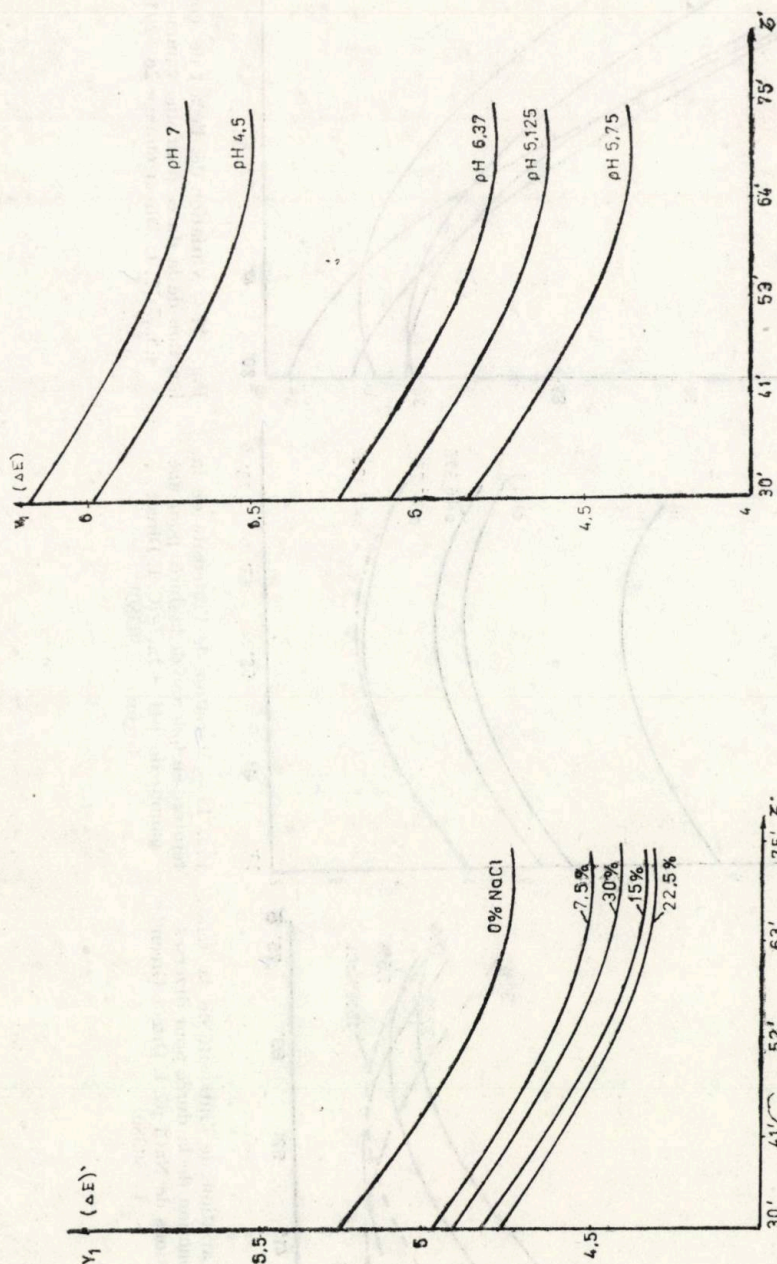


Fig. 11—Variation de l'écart de couleur en fonction de la durée pour une gamme de pH 4,5...7 (C. I. Direct Green 1—30380).

Fig. 10 — Variation de l'écart de couleur en fonction de la durée pour diverses concentrations de NaCl (C. I. Direct Green 1—30380).

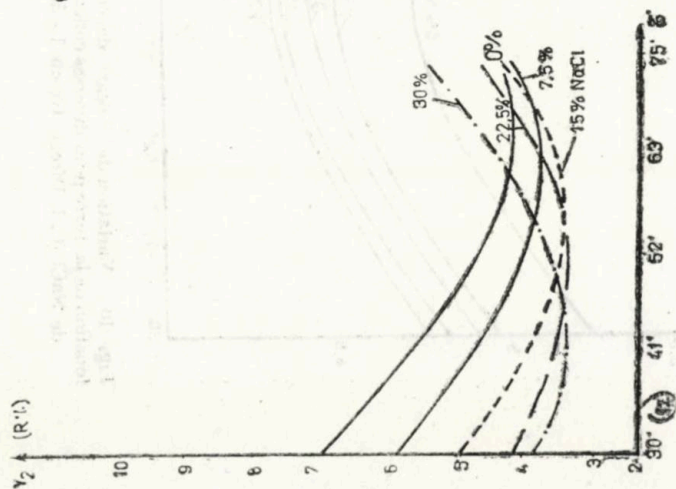


Fig. 12 — Variation de l'intensité de la teinture en fonction de la durée pour diverses concentrations de NaCl (C. I. Direct Green 1—30380).

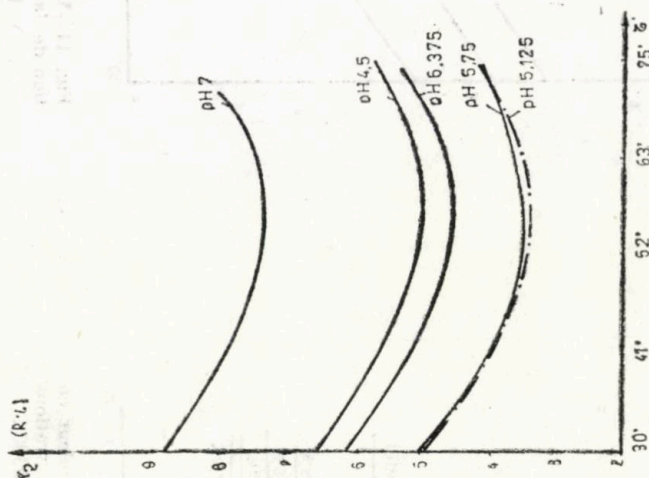


Fig. 13 — Variation de l'intensité de la teinture en fonction de la durée pour une gamme de pH 4,5...7 (C. I. Direct Green 1—30380).

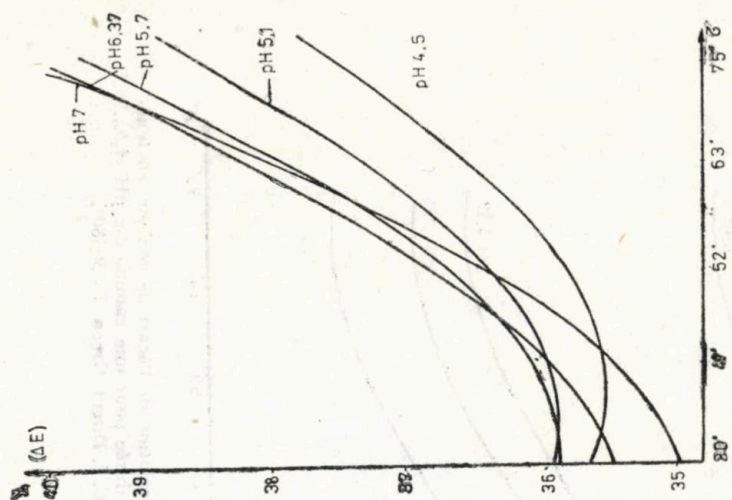


Fig. 14 — Variation de l'écart de couleur en fonction de la durée pour une gamme de pH 4,5...7 (C. I. Direct Orange 26—29150).

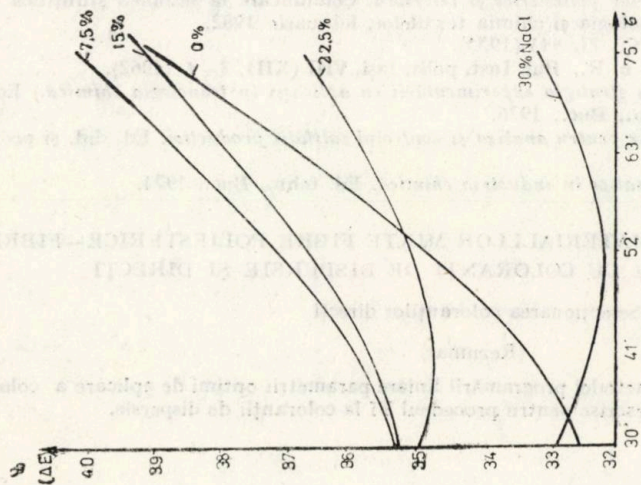


Fig. 15 — Variation de l'écart de couleur en fonction de la durée pour diverses concentrations de NaCl (C. I. Direct Orange 26—29150).

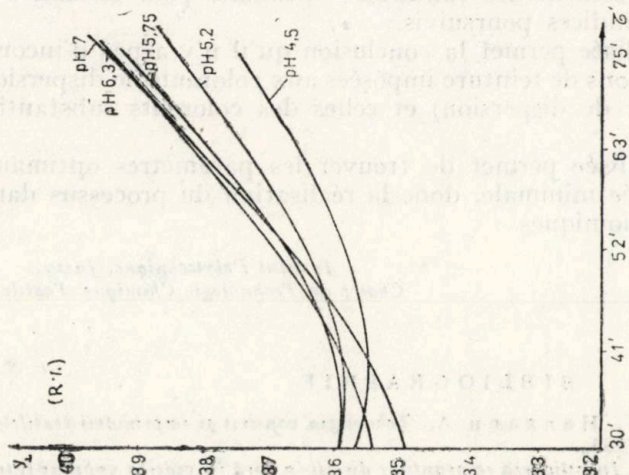


Fig. 16 — Variation de l'intensité de la teinture en fonction de la durée pour une gamme de pH 4,5...7 (C. I. Direct Orange 26—29150).

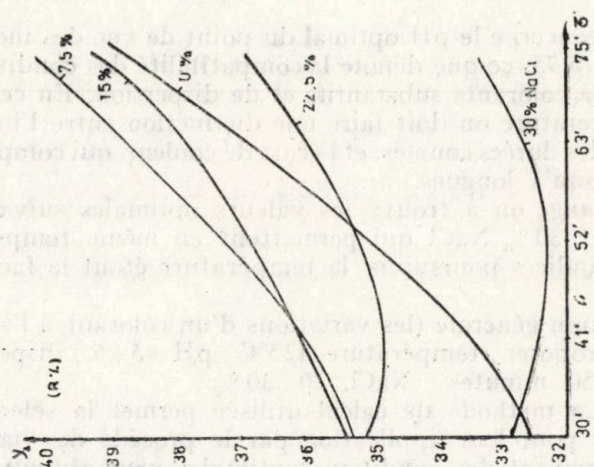


Fig. 17 — Variation de l'intensité de la teinture en fonction de la durée pour diverses concentrations de NaCl (C. I. Direct Orange 26—29150).

du processus. En ce qui concerne le pH optimal du point de vue des indices poursuivis, celui-ci est de 5,75, ce que dénote la compatibilité des conditions imposées par la teinture à colorants substantifs et de dispersion. En ce qui concerne la durée de la teinture on doit faire une distinction entre l'indice d'intensité qui comporte des durées courtes, et l'écart de couleur, qui comporte des durées moyennes jusqu'à longues.

Pour le *colorant orange* on a trouvé les valeurs optimales suivantes (figs. 14...17) : pH=4,5 et 30 % NaCl qui permettent en même temps les moindres variations des indices poursuivis, la température étant le facteur principal.

Comme recommandation générale (les variations d'un colorant à l'autre sont moindres) on peut proposer : température, 125°C ; pH=5...6 ; dispersateur, 1 g/l ; durée, 40...50 minutes ; NaCl, 20...30 %.

3. Conclusions. 1. La méthode de calcul utilisée permet la sélection des colorants substantifs pour leur application par le procédé des hautes températures et l'établissement des conditions optimales pour obtenir des valeurs maximales des indices poursuivis.

2. La méthode utilisée permet la conclusion qu'il n'y a pas d'incompatibilité entre les conditions de teinture imposées aux colorants de dispersion (température, pH, agent de dispersion) et celles des colorants substantifs étudiés.

3. La méthode utilisée permet de trouver les paramètres optimaux de travail pour une durée minimale, donc la réalisation du processus dans des conditions plus économiques.

Reçue de 14 Novembre 1984

Institut Polytechnique, Jassy,
Chaire de Technologie Chimique Textile

BIBLIOGRAPHIE

1. Grindea M., Forst T., Hanganu A., *Tehnologia vopsirii și imprimării textilelor*. Ed. teh., Buc. 1983.
2. Goga M., Jitianu A., *Investigarea coloranților direcți în țară în vederea vopsirii într-o singură baie a firelor poliesterice și celofibră*, Comunicare la sesiunea științifică a Facultății de tehnologia și chimia textilelor, februarie 1982.
3. Butleworth, J. S. D. C., 71, 443 (1955).
4. Grindea M., Zeidman R., *Bul. Inst. polit. Iași*, VIII (XII), 3-4 (1962).
5. Mihailescu R., *Introducere în strategia experimentării cu aplicații în tehnologia chimică*. Ed. științ. și enciclop., Buc., 1976.
6. Baron T., *Metode statistice pentru analiza și controlul calității producției*. Ed. did. și ped., Buc., 1979.
7. Gluck A., *Metode matematice în industria chimică*. Ed. tehn., Buc., 1971.

OPTIMIZAREA VOPSIRII MATERIALELOR MIXTE FIBRE POLIESTERICE—FIBRE CELULOZICE CU COLORANȚI DE DISPERSIE ȘI DIRECȚI

Seleționarea coloranților direcți

(Rezumat)

Se studiază cu ajutorul metodei programării liniare parametrii optimi de aplicare a coloranților direcți în condițiile prescrise pentru procedeul TI la coloranții de dispersie.

L'INFLUENCES DU PROCESSUS DE TRICOTAGE SUR LA STRUCTURE ET SUR LES CARACTÉRISTIQUES DES FIBRES ET DES FILS DE POLYALCOOLVINYL ET DE FIBRANNE POLYNOSIQUE

PAR

OTILIA MĂLCOMETE, MIRCEA MATEESCU, EUGEN COVRIG et ELENA TURTUREANU

0. Introduction. Le tricotage constitue un processus qui soumet le fil à toute une série de sollicitations complexes telles que la flexion, la compression, la tension, le frottement etc qui s'exercent simultanément ou séparément. La nature, l'intensité et la fréquence de ces sollicitations mécaniques, ainsi que la structure de la matière première constituent des facteurs qui peuvent plus ou moins modifier les propriétés du produit réalisé [1]...[3].

L'élément fondamental qui subit l'influence de tous ces facteurs est la fibre, au cas des filés ou le filament individuel, au cas des fils artificiels type rayonne. [4].

C'est à partir de ce point de vue que le travail ci-présent analyse l'influence du processus de tricotage sur les caractéristiques des fibres (tirées du tricot) d'une part, et la manière dont se transmettent ces sollicitations au niveau de la fibre (tirée des tricotés) d'autre part [5].

1. Conditions d'expérimentation. Les fils à tricoter ont été filés par une installation de microfilage, en trois variants : a) fil de polyalcoolvinyne (PAV) 100 % (variante IV) ; b) fil polynosique 100 % (variante V) et c) fil mélange, PAV 33 % et fibranne polynosique 67 % (variante VI).

On a réalisé le tricotage sur deux types de machine :

1. Machine circulaire à tricoter à un cylindre ayant les caractéristiques techniques suivantes :

$$D=4'' \text{ E}, N=198 \text{ aiguilles}, K_E=18\text{E}, n_a=65,16 \text{ rot/min}, \\ v=0,346 \text{ m/s}, S=1 \text{ système}.$$

On a expérimenté sur cette machine la structure unie.

2. Machine circulaire à tricoter à un cylindre et à plateau ayant les caractéristiques techniques suivantes :

$$D=4'' \text{ E}, N_a=2 \times 106 \text{ aiguilles}, K_E=8\text{E}, n=189,3 \text{ rot/min}, \\ v=1,007 \text{ m/s}, S=1 \text{ système}.$$

Sur cette machine on a expérimenté la structure en côte.

On a noté les variantes réalisées en précisant la structure, le type de fil et le type de serrage de la manière suivante :

V — structure unie ; P — structure en côte ; IV — fil Nm 54/1, PAV 100 % ; V — fil Nm 54/1, Polynose 100 % ; VI — fil Nm 54/1, mélange de PAV 33 % + Polynose 67 % ; A — premier degré de serrage (X_A) ; B — deuxième degré de serrage (X_B).

$X_B > X_A$ (la profondeur de bouclage et plus grande pour le deuxième degré de serrage).

2. Résultats et interprétations. 2.1. *Implications du tricotage sur les caractéristiques du fil.* On a analysé l'influence du processus de tricotage sur les caractéristiques mécaniques des fils tirés des tricotages réalisés. On a pu déterminer ces caractéristiques grâce aux courbes force—allongement enregistrées par Universal TESTER INSTRON.

Les résultats obtenus sont présentés séparément, pour chacun des types trois de fils, dans les Tableaux 1, 2 et 3.

En analysant la variation de ces caractéristiques sur les fils de PAV 100 % (Tableau 1) on constate que par rapport au témoin (filé et bobiné) on enregistre une baisse visible de la valeur de l'élasticité initiale, pour toutes les variantes de tricotage et surtout pour la structure en côte, pour les deux serrages ($P_{IV}A$ et $P_{IV}B$). Au cas de ces deux dernières variantes on enregistre également une diminution de force correspondante à la limite d'élasticité, d'écoulement et de rupture.

La valeur de ces caractéristiques est supérieure pour la structure unie par rapport à la structure en côte. Par rapport au témoin on remarque pour la structure unie une légère augmentation de la limite élastique et une baisse de la limite d'écoulement. Les valeurs de la limite de rupture sont différentes : supérieures pour la structure unie à grande serrage ($V_{IV}A$) et inférieures pour la structure unie à serrage réduit, respectivement profondeur de bouclage plus ample.

Quant au fil polynosique 100 % on remarque, à la suite du tricotage, pour toutes les variantes, la même diminution considérable de l'élasticité initiale. Pour les structures unies à grande profondeur de bouclage (V_VB) toutes les caractéristiques mécaniques sont inférieures à celles de la variante dont la profondeur de bouclage est réduite (V_VA). Pour la structure en côte, en échange, on constate une amplification du module d'élasticité par rapport aux structures unies, qui est plus grand encore pour un serrage réduit.

Au cas de la structure en côte à grand serrage on constate la réduction la plus considérable de toutes les caractéristiques mécaniques dues à un grand serrage et aux variations de tension.

Pour fil mélange on observe une baisse plus accentuée de toutes les caractéristiques au cas des structures unies, plus accentuée encore pour la variante $V_{VI}A$ que pour les structures en côte. Au cas de cette dernière variante, c'est toujours pour le grand serrage que les diminutions sont plus évidentes. On peut remarquer dans les figs. 1...3 l'aspect des modifications des courbes force—allongement des tricotés par rapport au témoin.

En analysant comparativement les modifications intervenant au niveau du fil à la suite du tricotage, on constate des variations différentes dépendant de la nature de la matière première, d'une part, des conditions de tricotage et de la structure du tricot, d'autre part.

Tableau 1
Fil — P.A.V. 100 %

Variante de tricoté	Finesse tex	E cN/tex	Limite élastique			Limite d'écoulement			Limite de rupture		
			P _t cN/fil	σ _t /tex cN/tex	ε _t %	P _e cN/fil	σ _e cN/tex	ε _e %	P _r cN/fil	P _r cN/tex	ε _n %
Témoïn	17,63	410,70	93,94	5,32	1,68	216,20	12,26	7,31	464,56	26,35	14,34
V _{IV A}	17,63	251,1	105,00	5,95	2,45	203,50	11,54	8,22	537,8	30,50	16,85
V _{IV B}	17,63	250,08	97,72	5,54	2,32	200,40	11,37	7,38	446,8	25,34	15,67
P _{IV A}	17,63	230,06	82,77	4,69	2,06	177,70	10,07	6,86	387,20	21,96	14,28
P _{IV B}	17,63	231,4	82,50	4,68	2,23	191,60	10,87	7,93	401,60	22,77	14,7

Tableau 2
Fil — Polynose 100 %

Variante de tricot	Finesse tex	E cN/tex	Limite d'élasticité			Limite d'écoulement			Limite de rupture		
			P_l cN/fil	τ_l cN/tex	ϵ_l %	P_e cN/fil	τ_e cN/tex	ϵ_e %	P_r cN/fil	τ_r cN/tex	ϵ_r %
Témoïn	17,86	533,26	136,3	7,63	1,82	255,42	14,30	6,20	386,27	21,63	10,29
V_{rA}	17,86	351,90	139,2	7,79	2,23	252,80	14,15	6,23	372,10	20,83	11,25
V_{rB}	17,86	321,2	129,3	7,24	2,55	248,0	13,88	7,53	343,40	19,23	11,20
P_{rA}	17,86	363,9	115,0	6,70	2,04	225,0	12,58	6,48	328,4	18,38	11,12
P_{rB}	17,86	366,4	138,18	7,74	1,85	247,20	13,84	6,18	349,04	18,85	9,89

Tableau 3
Fil — Mélange : P.A.V. 330/0 — Polynosé 67/0

Variante de tricote	Finesse tex	E cN/tex	Limite d'élasticité			Limite d'écoulement			Limite de rupture		
			P_t cN/fil	σ_t cN/tex	ϵ_t %	P_e cN/fil	σ_e cN/tex	ϵ_e %	P_r cN/fil	σ_r cN/tex	ϵ_r %
Témoïn	17,68	545,0	110,41	6,24	1,32	217,23	12,29	6,21	332,50	19,94	11,24
V _{VI} A	17,68	221,49	100,40	5,68	2,60	206,60	11,68	7,70	324,80	18,37	12,28
V _{VI} B	17,68	247,17	104,0	5,88	2,36	209,50	11,84	7,24	332,90	18,83	11,96
P _{VI} A	17,68	311,09	105,80	5,98	2,33	200,00	11,31	6,76	343,30	19,42	12,53
P _{VI} B	17,68	336,5	122,00	6,90	2,04	227,50	12,87	6,92	346,00	19,57	11,12

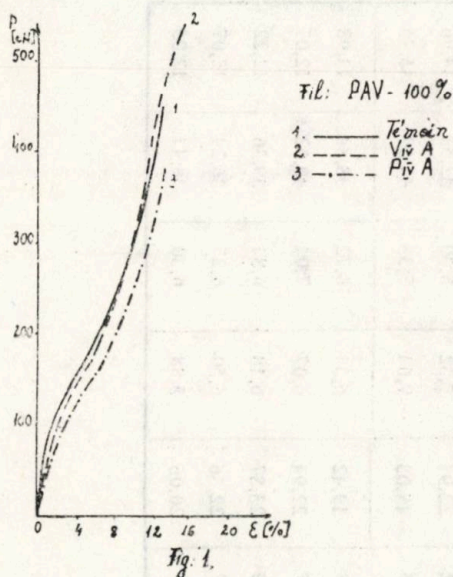


Fig. 1

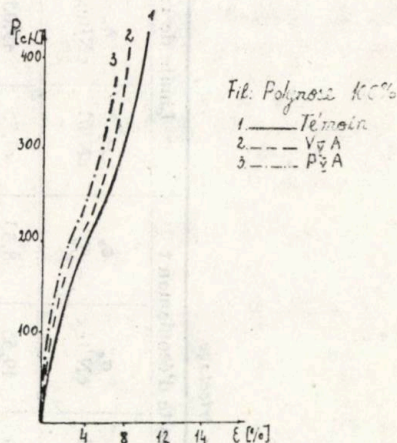


Fig. 2

C'est ainsi que pour le fil de PAV 100 % les propriétés élastiques sont mieux conservées pour les structures unies que pour les structures en côte.

Quant aux fils polynosiques et mélange (où ce composant est dominant) les propriétés mécaniques sont meilleures pour les structures en côte. Le serrage (la profondeur de bouclage) a lui-aussi des influences; s'il augmente au cas du fil de PAV, les propriétés élastiques de la structure unie sont supérieures à celles de la structure en côte. Au cas du fil polynosique 100 %, un serrage ample des structures unies rend les propriétés meilleures que pour un serrage réduit; en échange, pour les structures en côte un grand serrage modifie visiblement ces caractéristiques (qui diminuent si le serrage est réduit). Pour le fil mélange, un grand serrage diminue les propriétés élastiques des deux structures tandis que les serrage réduits sont favorables surtout aux structures en côte.

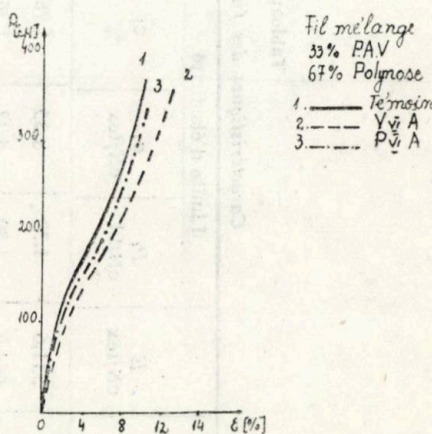


Fig. 3

2.2. Implications du tricotage sur les caractéristiques mécaniques des fibres. Vu que la fibre est l'élément de base qui subit toutes les sollicitations

Tableau 4
Caractéristiques des fils après le tricotage

	Finesse réelle tex	E cN/tex	Limite d'élasticité			Limite d'écoulement			Limite de rupture		
			P_i cN/fil	σ_i cN/tex	ε_i %	P_e cN/fil	σ_e cN/tex	ε_e %	P_r cN/fil	σ_r cN/tex	ε_r %
P.A.V.	Témoin	531,6	1,32	8,35	1,78	3,09	19,55	8,33	7,75	49,05	16,88
	$V_{IV}A$	664,0	1,30	8,22	1,36	3,26	20,63	7,16	8,24	52,15	15,7
	$V_{IV}B$	651,0	1,48	9,36	1,29	3,51	22,21	8,00	8,07	51,07	16,05
	$P_{IV}A$	632,9	1,49	9,43	1,23	3,62	22,91	7,32	8,30	52,53	14,96
	$P_{IV}B$	556,9	1,16	7,34	1,14	2,85	18,03	7,61	7,33	46,39	15,75
Polynose	Témoin	647,4	1,92	11,09	1,98	3,36	19,42	6,31	6,72	38,84	13,98
	$V_P A$	739,8	2,17	12,54	1,21	3,97	22,94	6,07	7,01	40,52	12,07
	$V_P B$	751,4	2,30	13,29	1,36	4,13	23,87	6,18	6,81	39,36	12,22
	$P_P A$	809,25	1,95	11,27	1,25	3,87	22,36	6,50	6,27	36,24	12,07
	$P_P B$	884,39	1,94	11,21	1,42	3,47	20,06	5,88	6,30	36,41	12,05

on a considéré comme utile de voir dans quelle mesure les fibres sont affectées par les sollicitations lors du fillage et du tricotage [6].

On a déterminé les caractéristiques mécaniques des fibres sur les courbes force—allogement enregistrées par l'appareil électronique FAFEGRAPH et présentées dans le Tableau 4. On observe que par rapport à la fibre témoin, pour la fibre de PAV, le module d'élasticité augmente pour toutes les variantes de tricotage à la suite des nouvelles orientations supplémentaires qui interviennent après le processus technologique et qui rendent la fibre rigide. Les autres caractéristiques mécaniques présentent le même sens de variation.

Si l'on analyse la manière dont varient les structures de tricot, on constate que le tricot unie est plus avantageux que le tricot-côte.

Le serrage réduite, la grande profondeur de bouclage ne sont pas favorables au tricot-côte car les caractéristiques mécaniques diminuent à la suite d'un évident processus de fatigue de la matière première.

Pour la fibre polynosique le module initial, la limite d'élasticité et celle d'écoulement augmentent par rapport à ceux du témoin, pour toutes les variantes de tricotage.

Quant à la structure unie les augmentations sont inférieures à celles de la structure en côte ce qu'on a constaté déjà en analysant les caractéristiques des fils polynosiques 100 %. Au cas de la structure unie, bien que le module soit plus grande que celui de la structure en côte (la fibre est rendue très rigide) les limites d'élasticité et d'écoulement sont inférieures à celles de la structure unie et à peine supérieures à celles du témoin.

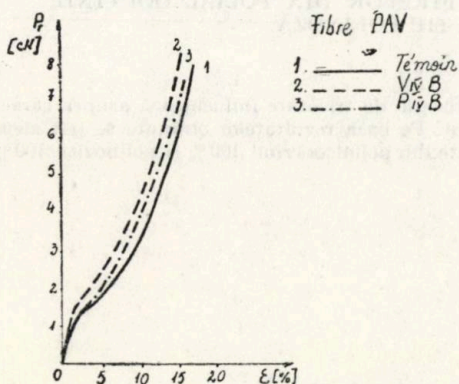


Fig. 4

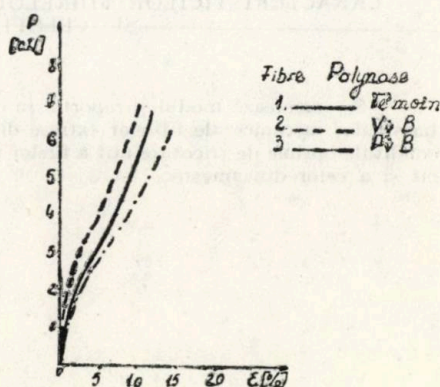


Fig. 5

En échange, la résistance à la rupture est plus basse pour la structure en côte par rapport à la structure unie et témoin.

Les figs. 4 et 5 envisagent les modifications des courbes force—allogement des tricots par rapport aux témoins.

3. Conclusions. 1. Les paramètres technologiques du processus de tricotage tels que la tension d'étirage T , la vitesse d'alimentation V_a , la profon-

deur de bouclage B ainsi que les structures choisies, sont des facteurs qui peuvent modifier positivement, ou négativement, jusqu'à certaines limites la structure des fibres et donc leurs caractéristiques qualitatives.

2. Les deux catégories de fibres étudiées se comportent d'une manière différente lors du tricotage. C'est ainsi que les fibres de PAV sont indiqués pour les structures unies, quel que soit le serrage, tandis que les fibres polynosiques sont indiquées pour les structures en côte à serrage réduit et pour les structures unies à grande serrage.

Reçue le 20 Novembre 1984

Institut Polytechnique, Jassy,
Chaire de Technologie Chimique Textile

BIBLIOGRAPHIE

1. Morton E. W., Hearle J. W. S., *Physical Properties of Textile Fibres*. The Textile Institute, Heinemann, London, 1975.
2. Mălcome O., Mateescu M., Bul. Inst. polit. Iași, **XXVI (XXX)**, 1—4, s. VI (1980).
3. Mateescu M., *Tehnologia tricotajelor*. Edit. did. și ped., Buc., 1978.
4. Hagiu E., Mălcome O. și colab., Comunicare la a VIII-a Conferință Națională Tehnico-Științifică a Industriei Ușoare, București, 27—29 octombrie 1981.
5. Mălcome O. și colab., *Cercetări privind caracterizarea fibrelor din polialcoolvinil insolubil și polinozice*. Contract de cercetare cu M. I. U., Direcția Tehnică, 1983.
6. Mălcome O., Mateescu M., Teslic A., Comunicare la Sesiunea științifică „Diversificarea producției în Industria Ușoară”, Iași, februarie 1982.

INFLUENȚA PROCESULUI DE TRICOTARE ASUPRA STRUCTURII ȘI CARACTERISTICILOR FIBRELOR ȘI FIRELOR DIN POLIALCOOLVINIL ȘI CELOFIBRĂ TIP POLINOZĂ

(Rezumat)

Se cercetează modul și raportul în care procesul de tricotare influențează asupra caracteristicilor mecanice ale fibrelor extrase din tricot. Pe baza rezultatelor obținute se pot alege condițiile optime de tricotare atît a firelor realizate din polialcoolvinil 100% și polinozice 100% cît și a celor din amestec.

RESEARCHES ON OBTAINING LACED ARTICLES BY CHEMICAL PROCESS (I)

BY

ELENA ILIESCU, AUGUSTIN MUREȘAN and RODICA MUREȘAN

1. Introduction. The ever increasing needs of customers tastes and exigencies claim for a permanent concern on the part of experts working both in industry and research field for establishing new technologies regarding the enlargement of assortment range [1], [2].

On the other part, these things must allow both a superior quality of the new materials and an enhanced economization of the auxiliary chemical substances, time, etc. Nowadays, following this line there is a permanent concern (asked by fashion, too) for getting laced materials using the technique of destroying.

As a rule, mixed materials are printed with pastes containing chemical agents, which can locally destroy a component of a constituent. The only condition for obtaining a material with clear and uniform effects is for the mixture to be obtained within the fibre [3].

Nowadays the destroying agent used in practice is aluminium sulphate ($\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$), which through hydrolisis confers to the solution both an acid reaction and the ability of destroying the cellulose component (viscose) [4].

Starting from these theoretical and practical premises, the researches worked out in this paper had in view testing some other destroying agents of viscose, too out of bicomponent mixtures in order to establish the best recipes from the point of view of both effects and chemical material savings as well as power.

2. Experiments. There have been made destroying of the cellulose component using a mixed material with the following composition: polyamide 33.58% and viscose 66.42%.

The printing have been performed with pastes having the following composition: destroying agent, x g/kg; Indalca agglutinant, y g/kg; glycerin, 80 g/kg; Romopal LN, 20 g/kg.

We have tested the following destroying agents: aluminium sulphate, ammonium sulphate, ammonium chloride and the acid sulphate of sodium.

The operation order was as it follows: printing of the material, drying, thermic treatment at various temperatures and periods of time, washing. The work temperatures were extended from 140° to 200°, but the treatment timewas from 0.5...3 minutes.

The destroying effect was calculated with the help of gravimetry using the following formula :

$$(1) \quad \% \text{ mass losing} = \frac{A-B}{C} 100,$$

Table 1

Mass losing (%) for the aluminium sulphate

Time min	Concentration g/kg paste	Temperature °C			
		140	160	180	200
0.5	50	0	80.3	90	98.5
	100	71.1	95.0	100	101
	150	89.5	96.3	100	103.2
	200	98.2	100	101.5	111.5
1.0	50	0	81.3	92.1	100
	100	87.3	97.3	100	102.4
	150	91.6	97.5	104.4	105.5
	200	100	100	105.3	112.5
1.5	50	0	89.6	95.7	100
	100	90.0	98.8	100	104.6
	150	94.6	99.8	106	106.8
	200	100	100	106.5	114.3
2.0	50	0	92	100	105.2
	100	95.2	100	101.7	106
	150	96.3	100	108.4	109
	200	100	101.3	109.7	118.1
3.0	50	16.3	98.8	100	106.7
	100	100	100	103.1	108.5
	150	100	101.3	109.7	110.1
	200	100	102.3	110.7	119.5

where A — weight of the initial sample ; B — weight of the final sample ;
 C — weight of the viscose component.

The results obtained are shown in the Tables 1...4 and the diagrams ;
represented by Figs. 1...13.

With the results obtained we could conclude :

1. *Aluminium sulphate* (Table 1, Figs. 1...4), shows a growth within the destroying action together with the increasing of all the three parameters of the thermic treatment (concentration, temperature, time).

However, even at a 3 minutes exposure, aluminium sulphate does have the best effects when used in concentrations less than 200 g/kg paste and temperature lower than 140°C. Good results are obtained only within very tight limits of the work parameters (which have enhanced value), so that the leading of the technological process is difficult enough.

Supplementary, $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ is hard soluble and causes changes within the viscosity of the agglutinant pastes and sometime even their coagulation.

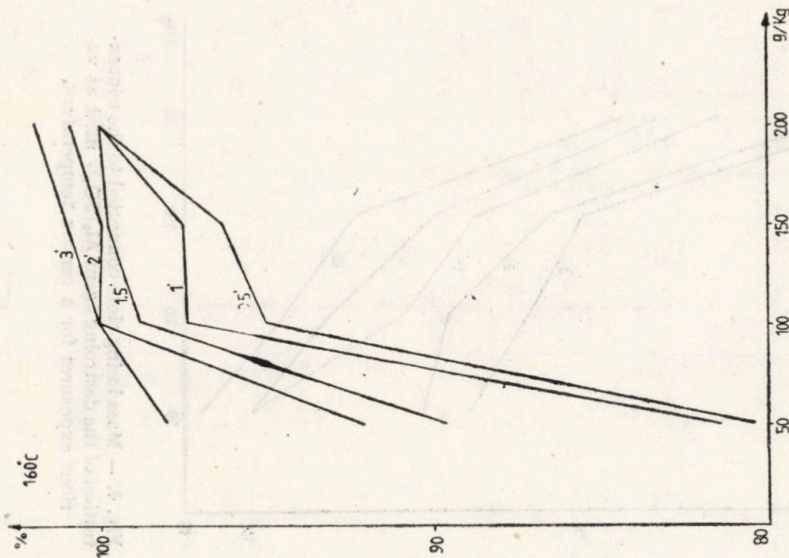


Fig. 2. — Mass losing close connected to the concentration of the destroying agent $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ used at various exposures for a certain temperature.

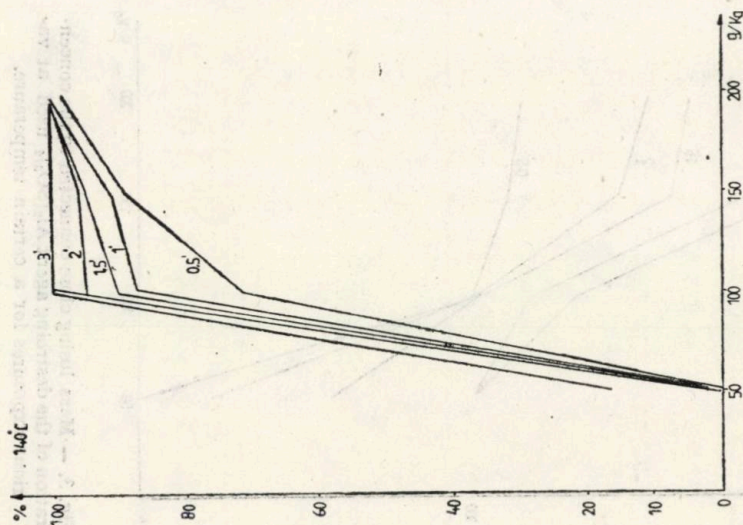


Fig. 1. — Mass losing close connected to the concentration of the destroying agent $\text{Al}(\text{SO}_4)_3$ used at various exposures for a certain temperature.

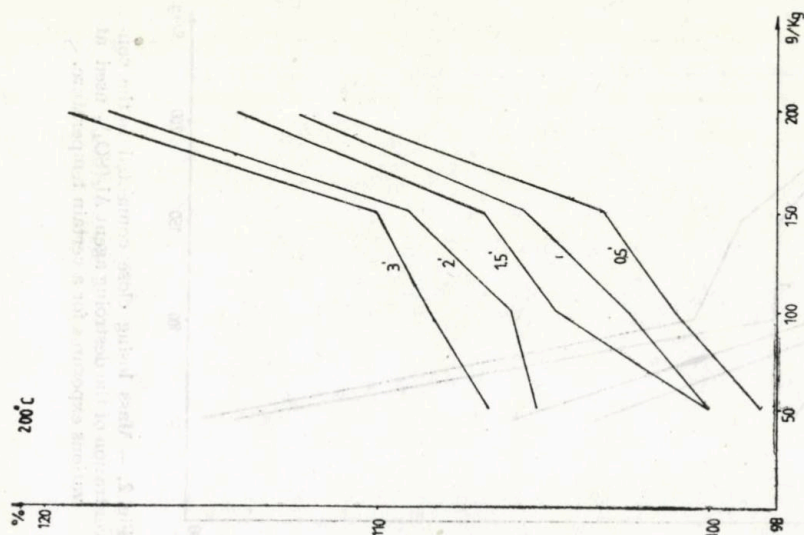


Fig. 4. — Mass losing close connected to the concentration of the destroying agent $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ used at various exposures for a certain temperature.

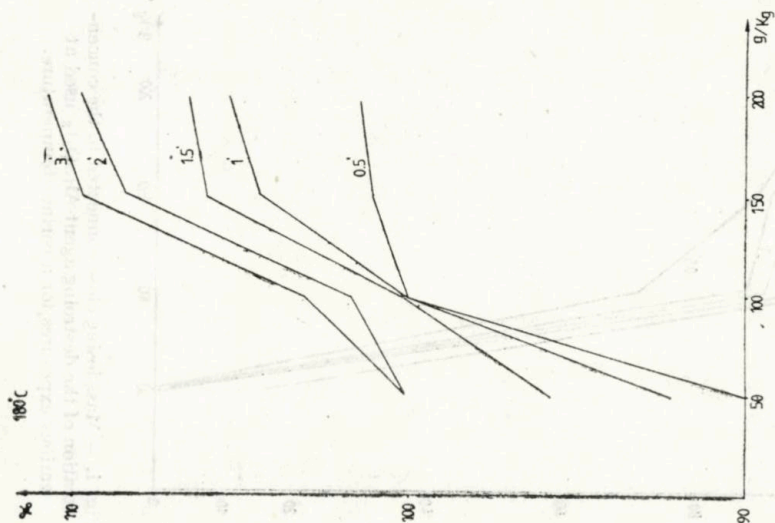


Fig. 3. — Mass losing close connected to the concentration of the destroying agent $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_4$ used at various exposures for a certain temperature.

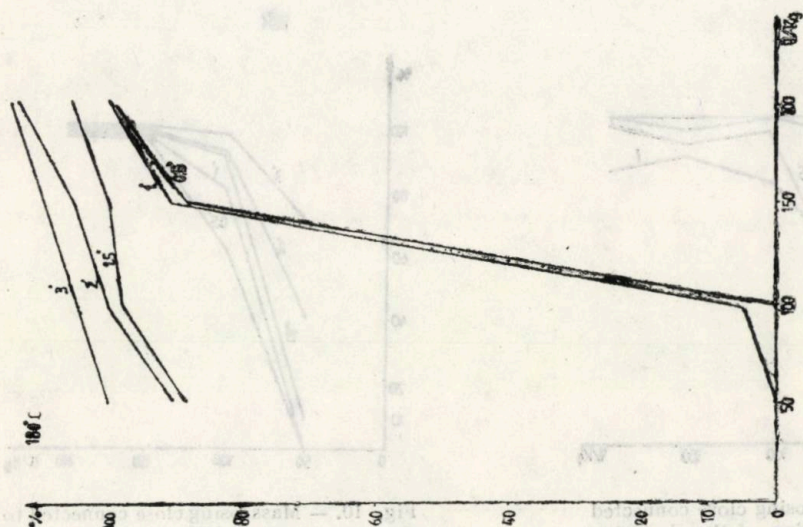


Fig. 5. — Mass losing close connected to the concentration of the destroying agent $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ used at various exposures for a certain temperature.

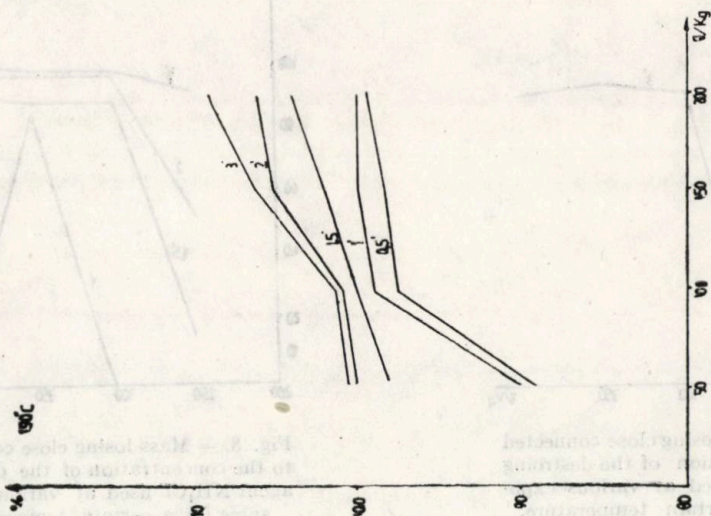


Fig. 6. — Mass losing close connected to the concentration of the destroying agent $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ used at various exposures for a certain temperature.

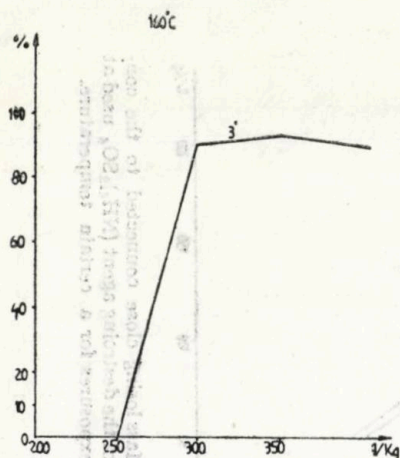


Fig. 7. — Mass losing close connected to the concentration of the destroying agent HN_4Cl used at various exposures for a certain temperature.

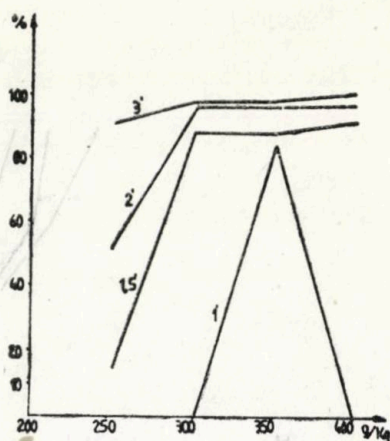


Fig. 8. — Mass losing close connected to the concentration of the destroying agent NH_4Cl used at various exposures for a certain temperature.

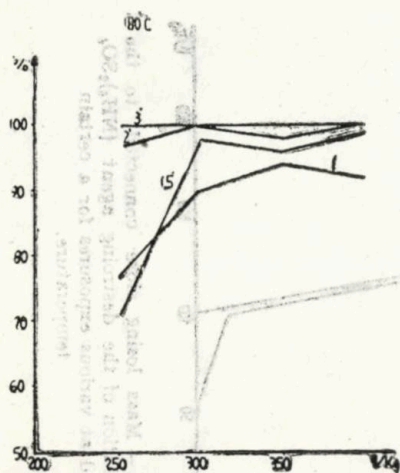


Fig. 9. — Mass losing close connected to the concentration of the destroying agent NH_4Cl used at various exposures for a certain temperature.

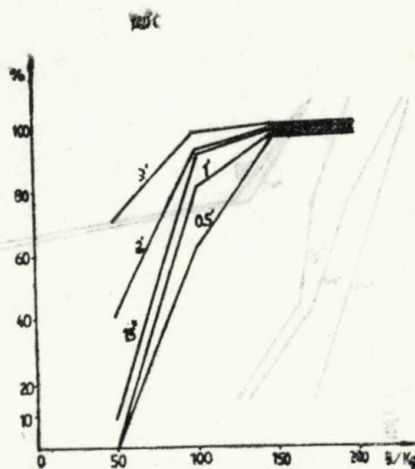


Fig. 10. — Mass losing close connected to the concentration of the destroying agent NaHSO_4 used at various exposures for a certain temperature.

Table 2
Mass losing (%) for the ammonium sulphate

Time min	Concentration g/kg paste	Temperature °C			
		160	170	180	190
0.5	50	0	0	0	89.0
	100	0	0	0	97.8
	150	0	0	88.9	98.3
	200	0	0	90.3	99.7
1.0	50	0	0	0	90.0
	100	0	0	5.4	99.5
	150	0	0	90.3	100.0
	200	0	0	99.6	100.0
1.5	50	0	0	88.7	98.0
	100	0	0	98.8	100.0
	150	0	0	100	102.5
	200	0	0	101	104.3
2.0	50	0	0	90.1	100.0
	100	0	0	100	101.0
	150	0	0	101.5	105.9
	200	0	0	103.1	106.3
3.0	50	0	0	100	100.5
	100	0	0	101	101.4
	150	0	64.8	102.4	106
	200	0	70.5	104.9	109

Table 3
Mass losing (%) for the ammonium chloride

Time min	Concentration g/kg paste	Temperature °C			
		150	160	170	180
0.5	250	0	0	0	0
	300	0	0	0	0
	350	0	0	0	0
	400	0	0	0	0
1.0	250	0	0	0	76.4
	300	0	0	0	98.9
	350	0	0	0	94.3
	400	0	0	0	92.5
1.5	250	0	0	14.3	70.2
	300	0	0	87.9	97.8
	350	0	0	88.2	96.3
	400	0	0	91.2	98.8
2.0	250	0	0	51.7	97.0
	300	0	0	96.3	100
	350	0	0	96.5	98.2
	400	0	0	97.1	100
3.0	250	0	0	90.7	100
	300	0	90.3	97.6	100
	350	0	92.3	98.6	100
	400	0	89.3	100	100

Table 4

Mass losing (%) for the sodium bisulfate

Time min	Concentration g/kg paste	Temperature °C			
		120	140	160	180
0.5	50	0	95.4	98.3	98.8
	100	63.6	93.3	100	98.8
	150	100	100	100	100
	200	100	100	100	100
1.0	50	0	97.5	100	99.2
	100	80.4	96.1	100	100
	150	100	100	100	100
	200	100	100	100	102.5
1.5	50	8.5	98.2	100	100
	100	90.2	98.0	100	101.2
	150	99.3	100	100	101.3
	200	100	100	100	115.4
2.0	50	39.9	97.8	100	100
	100	91.3	100	100	101.4
	150	99.8	100	100	101.6
	200	100	100	100	107.6
3.0	50	70.2	100	98.9	100
	100	97.6	100	100	102.3
	150	100	100	100	102.6
	200	100	100	101.2	127.1

Therefore, it is necessary while special precaution measures should be taken when preparing the pastes.

2. *Ammonium Sulphate* (see Table 2, Figs. 5...6) is a destroying agent when used at very high temperatures (minimum 180°C). Its action increases directly proportional to the extending of the period of time and concentration, being marked at a low limit by 100 g/kg and a two minutes exposure (or 150 g/kg paste and 1.5 minutes or 50 g/kg paste and a three minutes exposure).

3. *Ammonium Chloride* (see Table 3, Figs. 7...9) does not show any destroying action except when it is used in very powerful conditions.

The destroying action is enhanced directly proportional to those three parameters (temperature, concentration and duration). Table 3 shows that at the temperature of 150°C, regardless the treatment duration and the concentration of the destroying agent existing within the paste, the destroying action cannot be obtained.

At the temperature of 160°C the destroying is obtained at a 3 minutes treatment but this effect is to be considered only a partially one. At the temperature of 170°C destroying effects are obtained at exposures more than 1.5 minutes starting from 250 g/kg paste concentration. However in this case a total destroy of the cellulose component is not yet possible. It becomes only at a temperature of 180°C and exposure of more than 2 minutes, when the complete destruction of the cellulose component is possible.

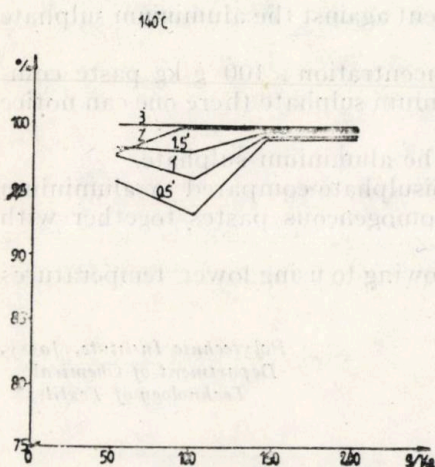


Fig. 11. — Mass losing close connected to the concentration of the destroying agent NaHSO_4 used at various exposures for a certain temperature.

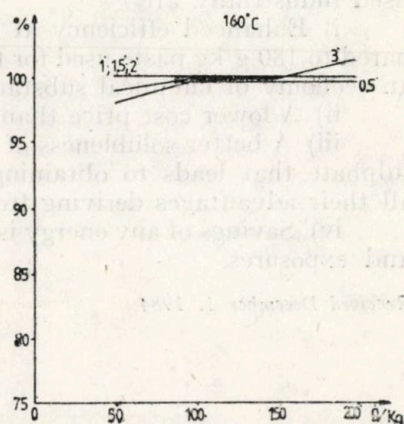


Fig. 12. — Mass losing close connected to the concentration of the destroying agent NaHSO_4 used at various exposures for a certain temperature.

The best work parameters when using ammonium chloride as an agent of destruction are 250...300 g/kg paste concentration, 180°C temperature and a duration of two minutes.

4. *Sodium Bisulfate* allows obtaining destroying effects starting from very low concentration 50 g/kg paste (see Table 4, Figs. 10...13).

Table 4 shows that starting from 50...100 g/kg paste concentration and 160°C temperature a complete destruction of viscose is obtained even at short periods of time. With thicker concentrations than 100 g/kg paste a complete destruction of the cellulose is obtained even at the temperature of 120°C and a 0.5 minutes exposure.

At these concentrations the polyamide component is attacked too, at the temperature of 180°C. The best work parameters when using sodium bisulphate as a destroying agent, are 100 g/kg paste concentration, temperature 160°C and a 0.5 minutes exposure.

3. **Conclusion.** Analyzing the results obtained when using those four destroying agents, we suggest using sodium bisulphate in the viscose-polyamide

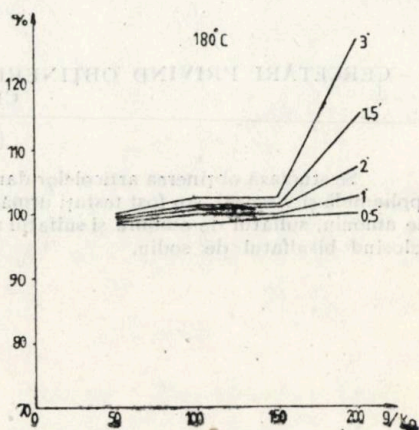


Fig. 13. — Mass losing close connected to the concentration of the destroying agent NaHSO_4 used at various exposures for a certain temperature.

mixtures. The advantages shown by this agent against the aluminium sulphate used industrially are :

i) Enhanced efficiency at lower concentration : 100 g/kg paste compared to 180 g/kg paste used for the aluminium sulphate (here one can notice an economy of chemical substance).

ii) A lower cost price than that of the aluminium sulphate.

iii) A better solubleness of sodium bisulphate compared to aluminium sulphate that leads to obtaining more homogeneous pastes together with all their advantages deriving from this.

iv) Savings of any energy is possible owing to using lower temperatures and exposures.

Received December 1, 1984

Polytechnic Institute, Jassy,
Department of Chemical
Technology of Textiles

REFERENCES

1. Grindea M., Hanganu A., Grigoriu A., Pușcaș E., *Tehnologie chimică textilă*. Ed. tehn., Buc., 1981.
2. Iliescu E., *Tehnologia albirii și apretării textilelor*. Rotaprint, Inst. polit. Iasi, 1981.
3. Mark H., Wooding N. S., *Chemical Aftertreatment of Textiles*. John Wiley & Sons, Inc., New York—London—Sydney—Toronto, 1971.
4. O kuickis S., *Textiles Chimiques*, 4, 231—240 (1970).

CERCETĂRI PRIVIND OBTINEREA ARTICOLELOR DANTELATE PE CALE CHIMICĂ (I)

(Rezumat)

Se studiază obținerea articolelor dantelate pe cale chimică dintr-un amestec bicomponent (poliamidă și viscoză). Au fost testați următorii agenți de devorare : sulfatul de aluminiu, clorura de amoniu, sulfatul de amoniu și sulfatul acid de sodiu. Rezultatele cele mai bune s-au obținut folosind bisulfatul de sodiu.

TRATAMENTE ALCALINE ȘI TERMICE ALE ACETAȚILOR DE CELULOZĂ

DE

JULIETA HOMUTESCU, AURELIA GRIGORIU și MIHAELA ROȘCA

1. Introducere. În contextul accentuării crizei energetice și a majorării prețurilor la țiței, crește capacitatea de concurență a fibrelor chimice celulozice. În cadrul acestora de o deosebită atenție se bucură fibrele acetat și triacetat, fibre ce au o largă aplicabilitate în industria bunurilor de larg consum. Aceste fibre prezintă însă și o serie de proprietăți deficitare (încărcare electrostatică mare, hidrofilie și rezistență la șifonare relativ reduse). În această situație, s-a constatat că un tratament superficial de saponificare (tratament S-Finish) aplicat singur sau urmat de tratamente termice [1]...[3] duce la o certă îmbunătățire calitativă a fibrelor acetat, același fenomen fiind remarcat și la fibrele de triacetat [4], ceea ce justifică unele aplicații industriale ale procesului.

Tabelul 1

Numerotarea probelor de acetat de celuloză tratate cu carbonat de sodiu

Saponificare cu carbonat de sodiu: 1 oră, 80 °C, Modul 1/50 (g/l)	3				5				7			
Notarea probelor saponificate	1				2				3			
Tratament cu aer cald 35 sec la temperatura °C	170	190	210		170	190	210		170	190	210	
Notarea probelor tratate termic	4	5	6		7	8	9		10	11	12	
Aburire la 150 °C durată (minute)	5	15	30	45	5	15	30	45	5	15	30	45
Notarea probelor aburite	13	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24
Aburire 30 minute la temperatura °C	120	130	140		120	130	140		120	130	140	
Notarea probelor aburite	25	26	27		28	29	30		31	32	33	

2. Partea experimentală. În lucrarea de față s-a urmărit efectul unor tratamente alcaline (cu carbonat de sodiu sau hidroxid de sodiu) și termice, asupra unor proprietăți fizico-mecanice și chimice ale fibrelor și țesăturilor din acetat și triacetat de celuloză. Condițiile de efectuare a tratamentelor sînt prezentate în tabelele 1, 2 și 3. Aprecierea modificărilor intervenite s-a făcut prin caracterizarea probelor din următoarele puncte de vedere: caracteristici mecanice, sorbția de apă, afinitate tinctorială și proprietăți electrice.

Tabelul 2

Numerotarea probelor de acetat de celuloză tratate cu hidroxid de sodiu

Saponificare la 80°C cu hidroxid de sodiu, modul 1/50 (g/l)	3		6	
	30	60	30	60
Durata de tratare cu hidroxid de sodiu (minute)	30	60	30	60
Notarea probelor saponificate	34	35	36	37
Notarea probelor tratate cu aer la 190°C, 35 secunde	38	39	40	41
Notarea probelor tratate cu abur 30 minute, la 130°C	42	43	44	45

Tabelul 3

Numerotarea probelor de triacetat de celuloză tratate cu hidroxid de sodiu

Saponificare la 90°C, 60 minute, modul 1/50, cu hidroxid de sodiu (g/l)	3	6
	46	47
Notarea probelor saponificate	46	47
Notarea probelor tratate cu aer la 190°C, 35 secunde	48	49
Notarea probelor aburite la 130°C, 30 minute	50	51

Caracteristicile mecanice. Din curbele efort—deformație pînă la rupere trasate la Instron pe fire din urzeală, s-au determinat mai mulți parametri, din care s-au luat în considerație ca fiind cei mai semnificativi, modulul de elasticitate și tenacitatea.

Tratamentul de saponificare cu Na_2CO_3 aplicat la mătase acetat duce la o certă îmbunătățire a ambelor caracteristici, tendință accentuată de creșterea concentrației de tratare (fig. 1). La aplicarea ulterioară a unui tratament cu aer cald 35 secunde, cu creșterea temperaturii de la 170 spre 210°C, are loc o scădere importantă a parametrilor mecanici pentru toate concentrațiile, probele saponificate cu 5 g/l prezentînd caracteristici mai bune (fig. 2 și 3). În cazul aplicării unei aburiri la 105°C cu durate variabile (5, 15, 30 și 45 min.) se constată aceeași tendință în privința concentrației, durata optimă de aburire fiind de 15 min. (fig. 4 și 5). Aplicarea celei de-a doua variante de aburire, timp de 30 min. la temperaturi de 120, 130 și 140°C confirmă aceleași rezultate în privința influenței concentrației de

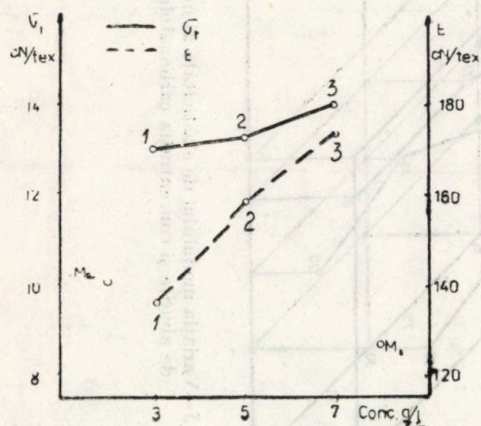


Fig. 1 — Variația tenacității și a modului de elasticitate al firelor de acetat de celuloză în funcție de concentrația carbonatului de sodiu.

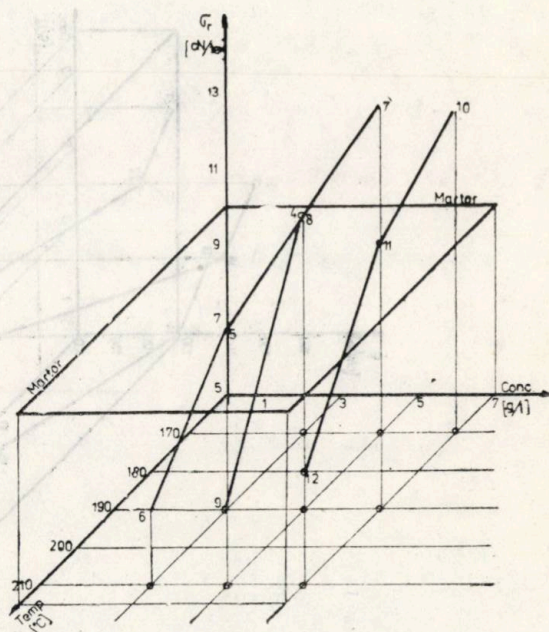


Fig. 2 — Variația tenacității firelor de acetat cu temperatura de termofixare și concentrația carbonatului de sodiu.

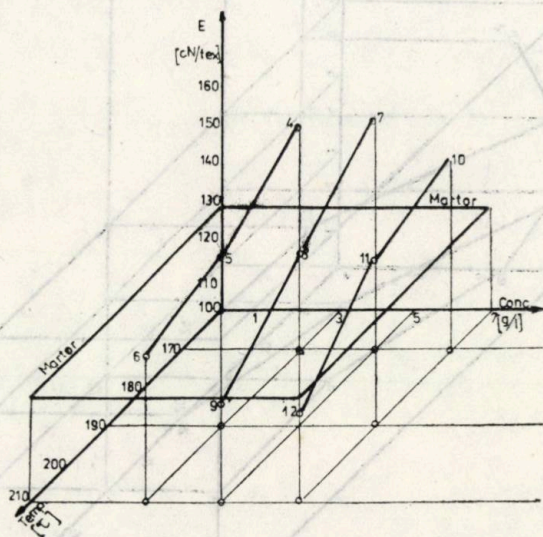


Fig. 3 — Variația modului de elasticitate al firelor acetat cu temperatura de termofixare și concentrația carbonatului de sodiu.

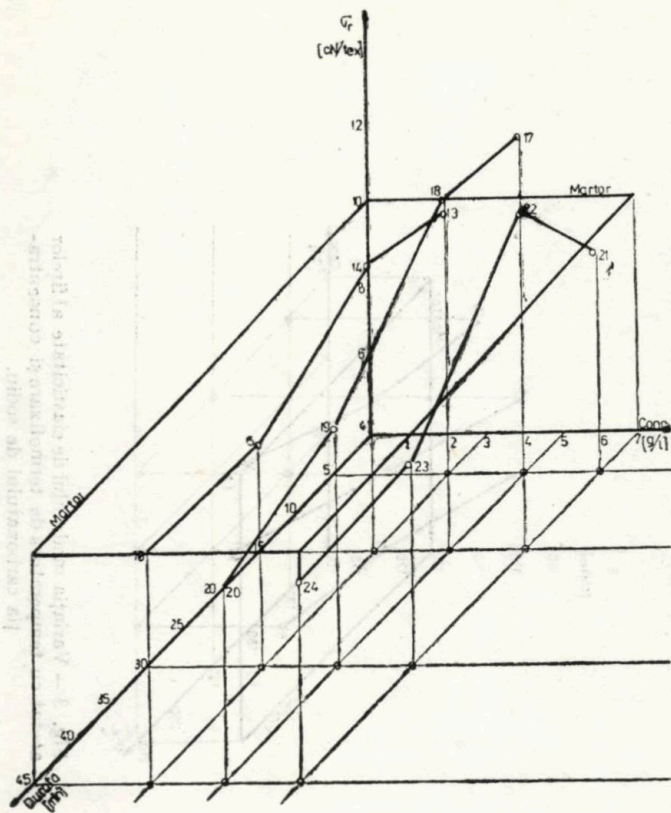


Fig. 4 — Variația tenacității firelor de acetat cu durata de aburire și concentrația carbonatului de sodiu.

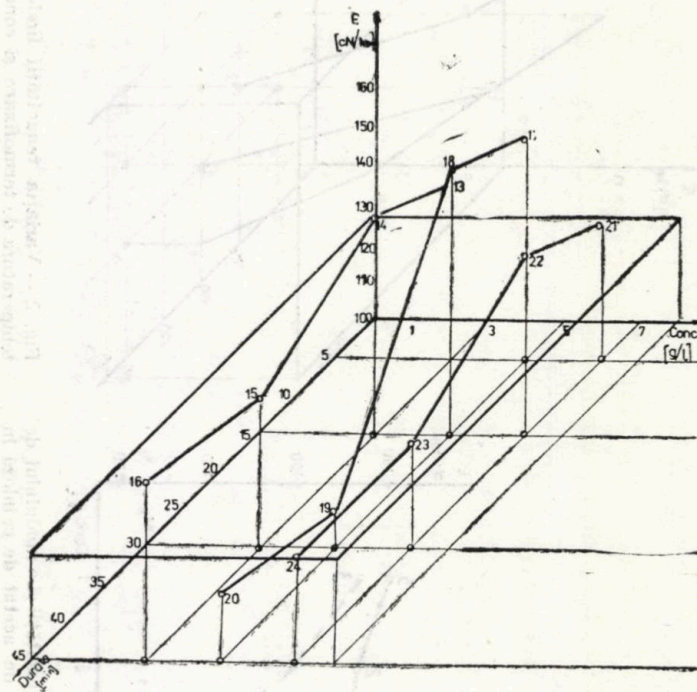


Fig. 5 — Variația modului de elasticitate al firelor acetat cu durata de aburire și concentrația carbonatului de sodiu.

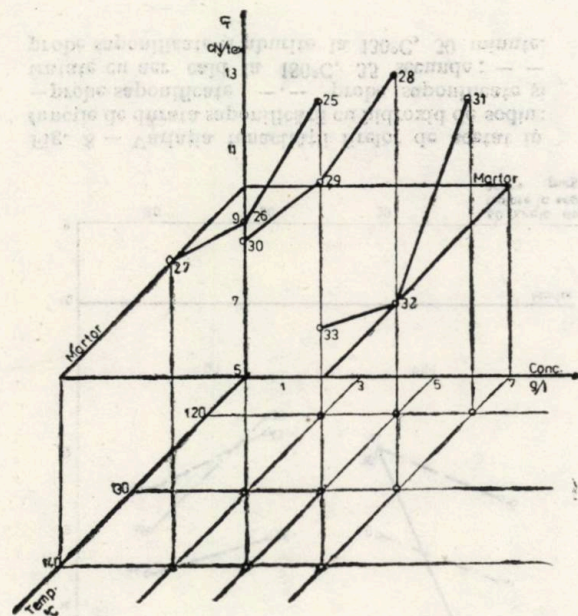


Fig. 6 — Variația tenacității firelor acetat cu temperatura de aburire și concentrația carbonatului de sodiu.

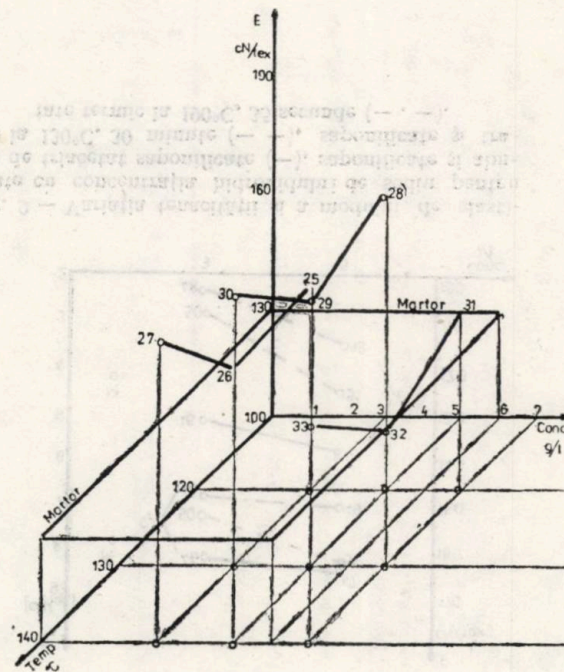


Fig. 7 — Variația modului de elasticitate al firelor de acetat cu temperatura de aburire și concentrația carbonatului de sodiu.

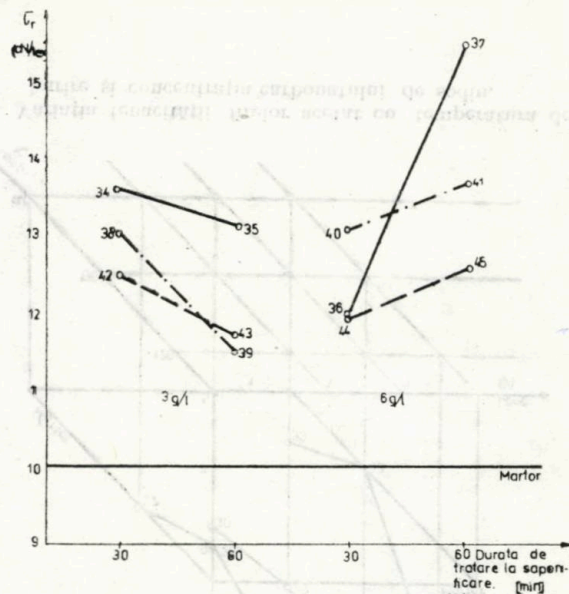


Fig. 8 — Variația tenacității firelor de acetat în funcție de durata saponificării cu hidroxid de sodiu: — probe saponificate; — — probe saponificate și tratate cu aer cald la 180°C , 35 secunde; — — probe saponificate și aburite la 130°C , 30 minute.

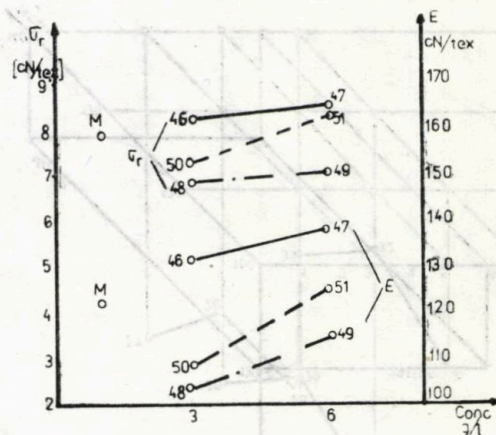


Fig. 9 — Variația tenacității și a modului de elasticitate cu concentrația hidroxidului de sodiu pentru fire de triacetat saponificate (—), saponificate și aburite la 130°C , 30 minute (— —), saponificate și tratate termic la 190°C , 35 secunde (— . —).

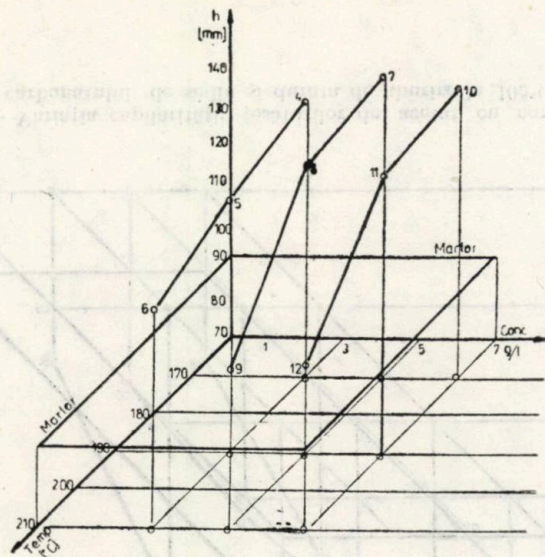


Fig. 10 — Variația capilarității țesăturilor de acetat cu concentrația carbonatului de sodiu și temperatura de tratare cu aer cald.

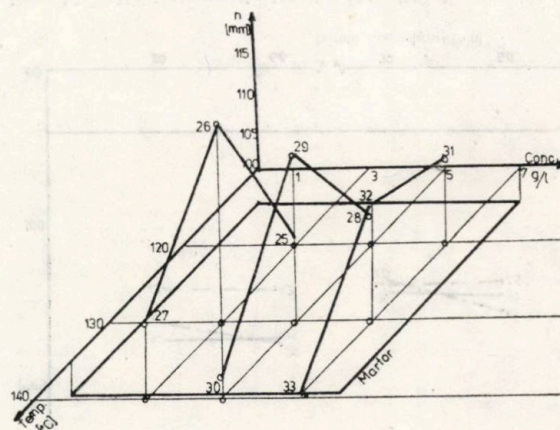


Fig. 11 — Variația capilarității țesăturilor de acetat cu concentrația carbonatului de sodiu și temperatura de aburire.

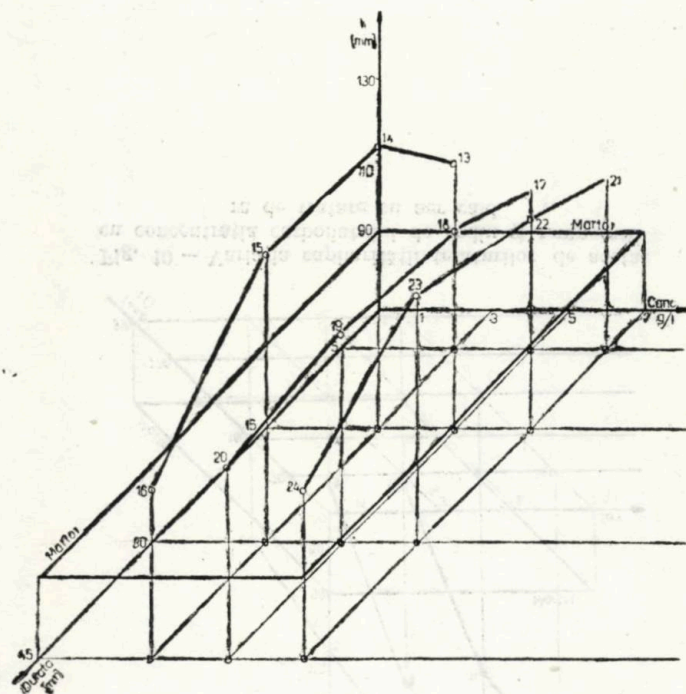


Fig. 12 — Variația capilarității țesăturilor de acetat cu concentrația carbonatului de sodiu și durata de aburire la 105°C.

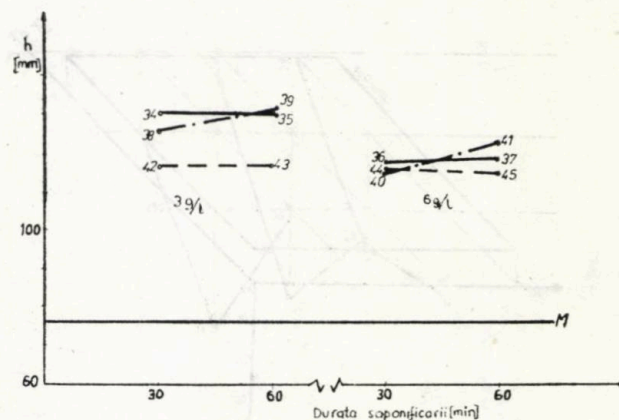


Fig. 13 — Variația capilarității țesăturilor de acetat în funcție de durata de saponificare pentru tratamente cu hidroxid de sodiu (—), saponificare—fixare termică la 190°C, 35 secunde (-.-) sau saponificare-aburire la 130°C, 30 minute (—).

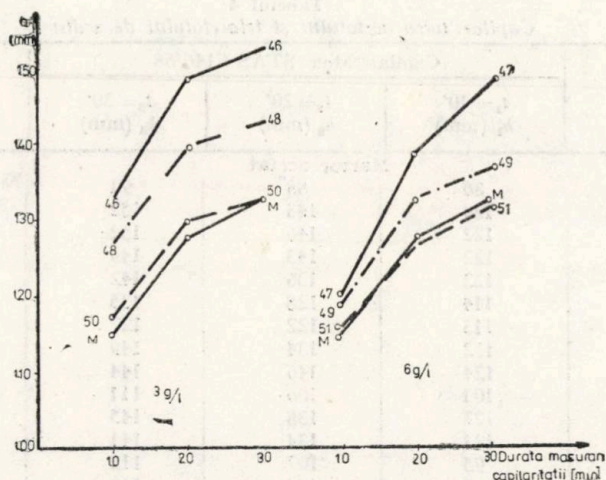


Fig. 14 — Variația în timp a capilarității țesăturilor de triacetat pentru probe saponificate cu hidroxid de sodiu] (—), urmate apoi de tratare termică la 190°C, 35 secunde (— · —), sau de aburire la 130°C, 30 minute (— — —).

saponificare, creșterea temperaturii de aburire avînd o influență nefavorabilă (fig. 6 și 7).

În cazul saponificării acetatului cu soluții de NaOH, creșterea concentrației are efect favorabil numai la durate mari (fig. 8, proba 37). Tratamente ulterioare saponificării, de fixare în aer la 190°C, 35 secunde sau de aburire la 130°C, 30 minute duc în general la scăderea tenacității, toate valorile obținute rămînînd însă mult mai mari decît cele ale matorului.

La probele de triacetat saponificate în prezență de NaOH se constată o ușoară îmbunătățire a parametrilor mecanici (mai mare pentru modul) cu creșterea concentrației, tratamentelor ulterioare de fixare cu abur și mai ales cu aer cald, diminuînd acești parametri (fig. 9).

Din rezultatele prezentate reiese că un tratament de saponificare alcalină superficială aplicat pe acetati de celuloză duce la creșterea indicilor mecanici, mai ales în cazul utilizării substanțelor alcaline mai puternice, și anume mai mult pentru acetat decît pentru triacetat. Creșterea poate fi explicată prin transformarea grupelor esterice din suprafață în grupe hidroxilice capabile de a angaja legături de hidrogen care consolidează structura, în cazul acetatului existînd o accesibilitate chimică mai mare. Asocierea unor tratamente termice cu saponificarea alcalină duce la scăderea indicilor mecanici pentru ambele fibre, comportare ce poate fi explicată prin destruc-turarea provocată de acțiunea temperaturii combinată sau nu cu cea a apei. Tratamentul cu aer cald afectează mai mult triacetatul, în timp ce aburirea influențează mai mult acetatul, fapt ce poate fi explicat prin caracterul mai hidrofob al triacetatului și respectiv mai hidrofil al acetatului.

Tabelul 4
Capilaritatea acetatului și triacetatului de sodiu

Nr. probei	Capilaritatea STAS 6146/68			Epuizare (%) verde direct A
	$t_1 = 10'$ h_1 (mm)	$t_2 = 20'$ h_2 (mm)	$t_3 = 30'$ h_3 (mm)	
Martor acetat				
	86	88	91	68
1	124	143	152	95
2	122	146	152	95
3	122	143	149	93
4	122	136	142	90
5	114	128	135	86
6	113	122	127	82
7	132	134	149	93
8	124	146	144	91
9	101	106	111	75
10	127	138	145	92
11	121	134	141	89
12	95	107	112	75
13	105	114	118	78
14	123	135	142	90
15	120	136	144	91
16	97	108	144	77
17	102	106	111	75
18	106	110	121	80
19	108	117	124	82
20	109	115	120	79
21	98	106	114	77
22	107	114	124	82
23	118	130	133	85
24	100	109	113	77
25	93	97	100	69
26	110	120	126	82
27	98	106	110	75
28	94	106	104	71
29	103	118	122	81
30	93	100	103	70
31	102	108	111	76
32	103	111	111	77
33	89	97	100	69
34	105	119	130	84
35	104	123	130	84
36	97	111	118	78
37	100	111	119	78
38	107	119	126	82
39	116	126	131	85
40	107	110	115	77
41	98	116	123	82
42	100	112	117	78
43	104	112	117	78
44	101	112	116	77
45	102	110	115	77
Martor triacetat				
	73	74	76	61
46	133	149	153	96
47	120	139	149	92
48	127	140	143	90
49	119	133	137	97
50	117	130	133	84
51	116	127	132	83

Sorbția de apă testată conform STAS 6146—68 s-a determinat pentru durate de 10, 20 și 30 minute (tabelul 4) în reprezentările grafice fiind evidențiată numai valoarea capilarității măsurată la durata de 30 minute. Capilaritatea fibrelor acetat este în mod categoric influențată favorabil de procesul de saponificare superficială, creșterea numărului de grupe hidroxil capabile să lege apa ducând la valori net superioare, comparativ cu martorul.

Tabelul 5

Rezistența specifică de masă a unor probe de acetat de celuloză

Tipul probei	Martor acetat	Proba 1	Proba 2	Proba 8	Proba 14	Proba 41
$(R_s \cdot 10^{-11})$ $\Omega \text{ g cm}^{-2}$	0,285	0,228	0,155	0,259	0,255	0,104

Tabelul 6

Rezistența specifică de masă a unor probe de triacetat de celuloză

Tipul probei	Martor triacetat	Proba 46	Proba 47	Proba 48
R_s $\Omega \text{ g cm}^{-2}$	$1,5 \cdot 10^{14}$	$0,036 \cdot 10^{11}$	$0,021 \cdot 10^{11}$	$0,023 \cdot 10^{11}$

Cele mai ridicate valori pentru capilaritate se obțin în urma procesului de saponificare cu Na_2CO_3 3 g/l fără nici un alt tratament de fixare ulterioară. La probele care după saponificare sînt fixate cu aer cald 35 secunde la temperaturi de 170...210°C, are loc scăderea capilarității cu creșterea temperaturii (fig. 10), iar în cazul aburirii 30 minute se obțin în general valori mai mici comparativ cu probele termofixate (dar tot mai mari decît ale martorului), la temperatura de 130°C înregistrîndu-se valoarea maximă indiferent de concentrația folosită (fig. 11). În cazul aburirii efectuată la 105° valoarea maximă se obține pentru durata de 30 minute indiferent de concentrație (fig. 12). La probele de mătase acetat tratate cu NaOH (fig. 13) se obțin valori mai mici ale capilarității comparativ cu probele saponificate cu Na_2CO_3 , creșterea duratei de tratare sau a concentrației ducînd la efecte negative, ca și tratamentele ulterioare cu aer cald sau abur. Aceeași tendință se observă și la mătasea triacetat (fig. 14) pentru toate intervalele de măsurare a capilarității. Scăderea capilarității sub influența tratamentelor termice poate fi explicată prin efectul de fixare, care este mai avansat în cazul acțiunii combinate a apei și temperaturii. Se stabilizează structura prin angajarea grupărilor hidroxilice în legături de hidrogen, micșorîndu-se astfel accesibilitatea fibrelor față de apă.

Afinitatea tinctorială s-a determinat prin vopsiri cu colorantul verde direct A, cantitatea de colorant reținută pe fibră (exprimată ca epuizare

procentuală) fiind determinată prin colorimetrarea flotelor reziduale cu un colorimetru FKM-11. Din datele prezentate în tabelul 4 se constată că în concordanță cu creșterea hidrofiliei crește și epuizarea procentuală, mai mult pentru probele saponificate decât pentru cele tratate termic ulterior, aburirea dând un efect mai accentuat de fixare care duce la diminuarea afinității tinctoriale.

Proprietățile electrice ale fibrelor acetat sînt puternic afectate de formarea pe suprafața fibrelor a unui strat fin de hidratceluloză capabil să micșoreze electrizarea. În scopul aprecierii acestui efect s-a determinat la o parte din probe rezistența specifică de masă cu ajutorul unui voltmetru static, valorile obținute fiind cuprinse în tabelele 5 și 6. În cazul fibrelor acetat cea mai accentuată scădere a acestui parametru se întîlnește la proba saponificată cu 6 g/l NaOH (proba 47). Fibrele triacetat care se caracterizează printr-o valoare ridicată a acestui parametru avînd proprietăți izolatoare, prezintă după saponificare o reducere spectaculoasă (proba 46), fixarea cu aer cald (proba 48) avînd un efect pozitiv.

3. Concluzii. Tratamentele superficiale alcaline cu Na_2CO_3 și NaOH combinate sau nu cu tratamente de aburire sau fixare cu aer cald, efectuate pe țesături de acetat sau triacetat de celuloză, duc la îmbunătățirea confortului la purtare prin creșterea hidrofiliei și scăderea rezistenței electrice de masă și la creșterea afinității tinctoriale față de coloranții direcți. Aceste modificări au loc fără degradări ale substratului, în unele cazuri înregistrîndu-se chiar creșteri ale indicilor mecanici.

Primită la 8 iunie 1982

Institutul politehnic, Iași,
Catedra de tehnologie chimică textilă

BIBLIOGRAFIE

1. Hindeleh A. M., Johnson D. J., Polymer, **11**, 12 (1970).
2. Паскевичюс В.В., Хукаускене Д.В., Текстильная промышленность, **6**, 63 (1977).
3. Newton E. J., L'industrie textile, **203**, 1021 (1973).
4. Паскевичюс В.В., Либонас И.И., Технология текстильной промышленности, **6**, 25 (1971).

ALCALINE AND THERMAL TREATMENTS OF CELLULOSE ACETATES

(Summary)

This paper studies some aspects of the influence of alkaline and thermal treatment on the physico-mechanical and chemical properties of the acetate yarns and fabrics. The efficiency revaluation is carried out through electrical and mechanical behaviour, water sorption, dye affinity etc.

UNTERSUCHUNGEN ZUM ENBASTEN VON NATURSEIDENGEWEBEN UNTER DER WIRKUNG VON HOCHFREQUENZENTLADUNGEN

BY

FLORIN VĂLU, LILIANA STOICHÎTESCU und NORICA TUȚIANU

1. Vorwort. Die Naturseidenfaser ist von proteinischer Natur, von weisser, gelb, oder grauer Farbe, was vom Wesen und der Menge der Pigmente abhängt, die sich vollständig in der Serizinschicht befinden [1].

Es ist bekannt, dass man während des Vorbereitungsprozesses der Naturseide die Entfernung des Serizins verfolgt, um somit Fibroin in mehr oder weniger reinem Zustand zu erhalten. Jedoch gleichzeitig mit dem Serizin Werden auch andere Begleitsubstanzen des Fibroins entfernt, wie die natürlichen Wachse und Pigmente der Faser, sowie die in den der Zwirnung und Spinnung vorausgehenden Ölungoperationen verwendeten Substanzen. Entsprechend ihrem Zweck kann das Entbasten teilweise oder weitläufiger rein; so werden z. B. bei der Ecrueseide 2...5 % aus den 20...30 % Serizin des Totalgewichts der Faser entfernt, bei der Supleseide 8...12 % und bei der Suiteside das Ganze Serizin. Der Prozess des Entbastens basiert auf der Löslichkeit des Serizins in Wasser beim kochen und in verdünnten Säuren oder alkalischen Lösungen, wobei es sich in der Gesamtheit um Quellungs-, Hydrolyse- und Emulsionsprozesse handelt [3], [4].

Das Entbasten im wässrigen Medium wird von der Reaktion des Mediums, der Temperatur, der Dauer, dem Wesen und der Konzentration der verwendeten Entbastungsmittel beeinflusst. Der Prozess des Entbastens verläuft maximal ausserhalb des isoelektrischen Punktes (bei pH-Werten von 4,3) und zwar bei einem pH-Wert kleiner als 2,5 und grösser als 9. Beim klassischen Verfahren wird das alkalische Entbasten mit Seife und Natriumkarbonat angewandt. Die Verwendung von Seife ist gerechtfertigt durch ihre oberflächenaktiven Fähigkeiten, das Serizin wie auch die anderen Verunreinigungen zu entfernen, sowie durch ihr verbleiben im Suspensionszustand, wobei das Wiederausfällen auf die Faser vermieden wird. Gleichzeitig wird ein weiderer, geschmeidigerer und angenehmerer Griff erzielt durch die Verbindung der sauren Seifen, die aus der Hydrolyse resultieren, mit den Amingruppen der Faser [2]...[5]. Beim Entbastungsprozess variiert die Konzentration der Seifenlösung zwischen 10...20 g/l, wobei die Qualität des Entbastens sehr von der Temperatur beeinflusst wird. Eine substantiell verbesserte Wirkung erreicht man bei Temperaturen grösser als 80°C, wobei man maximal Werte bei Temperaturen von 93...95°C, erhält. Grössere Temperaturen als 95°C sind nicht zu empfehlen, da das Kochen mit dem durchper-

lan gefährlich ist und das Auftreten von Pelositätserscheinungen provozieren kann [2], [6].

Ausgehend von den prinzipiellen Nachteilen der klassischen Prozesse des Entbastens, wie die Alkalisensibilität, grosser Verbrauch von Seife und besonders die Temperaturverhältnisse, die bei kleinen Abweichungen Pelositätserscheinungen provozieren Können, wurde in des vorliegenden Arbeit der Entbastungsprozess mit Hilfe einiger rumänischer synthetischer Waschmittel unter Einfluss von Hochfrequenzentladungen verfolgt.

2. Experimenteller Teil. **2.1. Verwendete Materialien** im Rahmen der Experimente: a) Naturseidengewebe; b) Chemische Zusätze: „Astral“, oberflächenaktives Agent vom Typ eines Natriumsalzes von aliphatischen-sulfonischen Säuren, löslich in kaltem und warmem Wasser, mit einem pH-Wert der 1% -igen Lösung von 8,5...9; „Perlan alb“, oberflächenaktives Agent vom Typ Natriumalocylarylsulfonat (Spektrum IR), von weisser Farbe, mit einem pH-Wert der 1% -igen Lösung von 4,5...5, löslich in Warmem und kaltem Wasser.

2.2. Die verwendete Apparatur setzt sich aus folgenden Teilen zusammen:

a) Röhre, in der die Hochfrequenzentladungen stattfinden, bestehend aus Jenaer Glas, an deren Äusserem Kondensatorplatten angebracht sind, die an ein Hochfrequenzfeld angeschlossen sind;

b) Hochfrequenzgenerator mit Frequenz von 13,56 MHz;

c) Vakuumagregat, ausgerüstet mit einem Vakuummeter zum Messen des Druckes im Inneren der Entladungsröhre;

d) Anpassungskreis an die Leistung.

2.3. Arbeitsweise. Das Naturseidengewebe wurde in das Innere der Entladungsröhre eingeführt und zwar so, dass der Elektronenstrom senkrecht auf dessen Oberfläche auftrifft. Nach dem hermetischen Verschliessen der Entladungsröhre wurde das Vakuumagregat angeschlossen, um ein Vakuum in Inneren der Röhre zu erhalten. Zum Zeitpunkt des Erreichens der gewünschten Vakuumwerte wurde der Hochfrequenzgenerator angeschlossen und die Stromintensität auf den vorgeschriebenen Wert eingestellt. Die vom Kondensator produzierte elektrische Entladung führt zur Ionisierung der in der Röhre verbliebenen Luft. Durch den alternativen Wechsel der Richtung des elektrischen Hochfrequenzfeldes befinden sich die elektrisch aufgeladenen Partikel in ständiger Bewegung, wobei das textile Material getroffen wird, und wodurch die Serizinschicht reisst, was in der Faserumhüllung festgestellt werden kann, die eine gewisse Steifheit aufweist.

2.4. Experimentelle Bestimmungen. Alle Naturseidenproben wurden 60 min. lang konditioniert, danach wurden sie den Operationen des Entbastens mit Lösungen von 2 g „Astral“/l, 2 g „Perlan alb“/l und 2 g neutrale Seife/l + 0,5 g Na_2CO_3 /l bei einer Behandlungsdauer von 30 Min., einem Flüssigkeitsverhältnis von 1 : 50 und bei Temperaturen von 60 ; 70 ; 80 ; 92 ; 95°C unterzogen.

Die experimentellen Daten sind in Tabelle 1 dargestellt, bei denen man feststellt, dass mit steigender Temperatur die entfernte Serizinmenge wächst, wobei die höchsten Werte bei 92...95°C erreicht werden; im Falle

Tabelle 1

Konzentration des Waschmittels	Temperatur °C	Dauer Min.	Flüssigkeitsverhältnis	Entfertes Serizin %
„Perlan alb“ 2 g/l	60	30	1 : 50	6,60
	70	30	1 : 50	7,19
	80	30	1 : 50	8,28
	92...95	30	1 : 50	10,50
„Astral“ 2 g/l	60	30	1 : 50	12,84
	70	30	1 : 50	13,25
	80	30	1 : 50	14,18
	92...95	30	1 : 50	19,70
Seife 2 g/l + Na ₂ CO ₃ 0,5 g/l	60	30	1 : 50	13,21
	70	30	1 : 50	14,08
	80	30	1 : 50	15,10
	92...95	30	1 : 50	18,70

Tabelle 2

Konzentration des Waschmittels, Temperatur, pH	Vorbehandlung		Behandlung im elektrischen Feld		Serizin %	Lösungskennwert
	Dauer Min.	Serizin %	Dauer Min.	Serizin %		
Seife 2 g/l + Na ₂ CO ₃ 0,5 g/l 92...95°C	10	11,6	5	7,8	19,4	2,57 2,7
	10	10,6	10	8,1	18,7	
	15	12,5	5	7,9	20,4	
	15	11,9	10	8,2	20,1	
	20	13,6	5	9	22,6	
	20	13,3	10	9,9	23,2	
	25	16,3	5	7,4	23,7	
	25	15,9	10	8,3	24,8	
	30	18,5	5	5,1	24,6	
	30	18,9	10	5,8	24,7	
„Astral“ 2 g/l 92 ... 95°C pH= 8,5 ... 9	10	9,6	5	5,41	15,01	2,21 2,44
	10	12,9	10	3,6	15,8	
	15	14,75	5	3,4	19,1	
	15	14,70	10	4,6	19,3	
	20	15,4	5	4,5	19,9	
	20	16,9	10	4,8	21,7	
	25	16,32	5	5,7	22,02	
	25	18,7	10	3,1	21,8	
	30	17,1	5	5,3	22,4	
	30	19,7	10	2,71	22,71	
„Perlan“ 2 g/l 92 ... 95°C pH= 4,5 ... 5	10	9,8	5	4,9	14,70	2,95 2,98
	10	8,4	10	5,1	13,50	
	15	10,6	5	5,2	15,80	
	15	10,9	10	5,3	16,20	
	20	11,8	5	7,24	19,04	
	20	12,9	10	6,50	19,4	
	25	11,5	5	7,01	18,51	
	25	12,1	10	5,60	17,70	
	30	10,2	5	6,25	16,45	
	30	10,1	10	5,3	16,1	

des Waschmittels „Astral“ betrug die entfernte Serizinmenge 19,7%, bei Seife 18,9% und bei „Perlan alb“ 10,9%. Diese Werte wurden als Vergleichsdaten angenommen beim Studium der Wirkung der Hochfrequenzentladung auf den Prozess des Entbastens.

Die Wirkung der Hochfrequenzentladung auf den Prozess des Entbastens wurde in 2 Varianten verfolgt und zwar:

1. Vorbehandlung mit Waschmittellösung und Behandlung im elektrischen Hochfrequenzfeld;

2. Behandlung im elektrischen Hochfrequenzfeld, danach eine Behandlung mit einer Entbastungslösung.

Die optimalen Arbeitsparameter der Anlage, ein Strom von 150 mA und ein Druck von 1 Torr, wurden experimentell bestimmt, wobei festgestellt wurde, dass bei höheren Stromwerten eine thermische Zersetzung eintritt und bei kleineren Druckwerten der prozentuale Anteil des entfernten Serizins sehr klein ist.

Tabelle 3

Behandlung im elektrische Feld		Behandlung klasisch danach			Serizin %	Lösungs-kennwert
Dauer	Serizin %	Waschmittel Temperatur ; pH	Dauer Min.	Serizin %		
5	6,3	Seife 2 g/l + Na ₂ CO ₃ 0,5 g/l 92 ... 95°C	10	13,6	19,9	2,80 3,04
10	7,1		10	14,6	21,7	
5	6,5		15	15,65	22,15	
10	7,5		15	15,30	22,80	
5	7,3		20	17,00	24,30	
10	7,9		20	18,60	26,50	
5	7,34		25	16,86	24,20	
10	8,10		25	16,76	24,86	
5	7,42		30	16,50	23,92	
10	8,20		30	16,53	24,73	
5	6,1	„Astral“ 2 92 ... 95°C g/l pH= 8,5 ... 9	10	13,80	19,90	1,97 2,08
10	7,12		10	12,93	20,05	
5	6,32		15	16,48	22,80	
10	6,90		15	13,80	20,70	
5	6,30		20	16,60	22,90	
10	7,20		20	16,10	23,30	
5	6,31		25	16,89	23,20	
10	7,80		25	15,80	23,60	
5	6,42		30	17,78	24,20	
10	7,90		30	16,40	24,30	
5	5,9	„Perlan“ 2 g/l 92 ... 95°C pH= 4,5 ... 5	10	11,60	17,50	2,70 2,90
10	6,42		10	10,98	17,40	
5	5,95		15	12,12	18,07	
10	6,71		15	10,78	17,49	
5	6,15		20	12,65	18,80	
10	6,80		20	12,60	19,40	
5	6,30		25	13,60	19,90	
10	6,60		25	15,20	21,80	
5	6,50		30	16,20	22,70	
10	6,75		30	16,35	23,10	

Die Wirksamkeit der Behandlung wurde durch die Bestimmung des Prozentsatzes des entfernten Serizins beurteilt, und die Umversehrtheit der Seidenfaser wurde durch den Lösungstest in Alkali festgestellt (für die optimalen Varianten).

Die experimentellen Werte sind in den Tabellen 2 und 3 dargestellt. Bei beiden Varianten wurde die Behandlungsdauer im elektrischen Feld verändert, jeweils 5 und 10 Min., und die Behandlungsdauer mit der Lösung zum Entbasten betrug 10 ; 15 ; 20 ; 25 und 30 Min.

Die Umversehrtheit der Faser wurde ebenfalls durch den Färlungstest mit blauem Methylenfarbstoff bewiesen.

3. Schlussfolgerungen. 1. Die optimale Behandlungsvariante resultiert aus dem besserem Werte, die man erhält durch eine Vorbehandlung im elektrischen Feld von 5 Min., und danach eine Behandlung mit Entbastungslösung von 20 Minute mit dem Waschmittel „Astral“ und der Seifenlösung + Na_2CO_3 und von 25 Min. mit dem Waschmittel „Perlan alb“.

2. Die kleineren Werte an entfernten Serizin bei Verwendung des Waschmittels „Perlan alb“ werden durch die Tatsache erklärt dass der pH-Wert der Lösung mit einer Konzentration von 1 % 4,5...5 beträgt sich also sehr nahe am isoelektrischen Punkt der Naturseide befindet ($\text{pH} = 4,3$).

3. Die durch die Lösungskennwerte in Alkali bestimmte Unversehrtheit der Faser hat die besten Werte beim Waschmittel „Astral“, d. h. ungefähr 2 im Vergleich zu dem Wert 3 entsprechend der anderen Behandlungsbedingungen.

4. Durch Reduzierung der Entbastungsdauer um 30 Min. nach dem neuen Verfahren verkleinert sich die Gefahr der Pelositätserscheinung.

5. Das Entbasten durch Entladung im elektrischen Hochfrequenzfeld führt zur Reduzierung der Konzentration der chemischen Zusätze mit seinen direkten Konsequenzen auf ökonomischer Basis.

6. Durch den Bruch der Serizinschicht unter Wirkung der elektrischen Entladung im Vakuum bleibt die Unversehrtheit der Faser erhalten, sowohl in mechanischer als auch in chemischer Hinsicht.

Eingegangen am 23. Juli, 1983

Technische Hochschule, Jassy,
Lehrstuhl für Chemische Technologie der
Textilen

STUDIUL DEGOMĂRII FIBRELOR DE MĂTASE NATURALĂ SUB ACȚIUNEA UNUI CÎMP ELECTRIC DE ÎNALTĂ FRECVENȚĂ

(Rezumat)

Prin acțiunea descărcărilor electrice în vid, aplicată în două variante — în faza preliminară, respectiv în faza finală — a procesului de degomare, în prezența detergenților românești, Perlan alb și Astral, datorită fisurării stratului de sericină, crește randamentul degomării, fapt ce permite reducerea duratei totale la jumătate, în comparație cu procedeul clasic de degomare. Se evită astfel și fenomenul de pelozitate, concomitent cu reducerea concentrației de auxiliari chimici.

Verificată prin diferite teste — solubilitate, sarcină la rupere — integritatea fibrei nu se modifică în timpul degomării după noul procedeu.

UNTERSUCHUNGEN BETREFFS DER KENNWERTE EINIGER NEUER NACH KLASSISCHEN UND UNKONVENTIONELLEN VERFAHREN ERZIELTEN FASERARTEN AUS GEMISCHEN VON EINHEIMISCHEN CHEMIEFASERN

VON

N. N. COJOCARU

1. Allgemeine Betrachtungen. Besonders im letzten Jahrzehnt konnte überall in der Welt eine radikale Änderung der Rohstoffgrundlage verzeichnet werden [1], [2], bedingt durch die schnelle Entwicklung der Chemiefaserherstellung zum Nachteil der Naturfasern, sowie auch durch das Anwachsen der Preise von Baumwolle und Wolle. Infolge der neuen Anforderungen an die Gleichmässigkeit der Garngrundcharakteristiken zwang sich ebenfalls eine bessere Verwertung der Chemiefasern auf.

In unserem Lande werden von den Chemiefasern vom Baumwolltyp die Zellstoffasern, P.E.S. und P.A. bevorzugt. Diese Fasern werden vor allem in zweiteiligen Gemischen verarbeitet zwecks Herstellung von Garnen mittlerer Feinheit nach Krempelspinnverfahren.

Mittels klassischer Spinnmaschinen und O. E.-Maschinen mit Läufer wurden neue Garnarten aus dreiteiligen Gemischen von einheimischen Chemiefasern für Web- oder Strickwaren experimentiert. Vorliegende Arbeit stellt die Forschungsergebnisse betreffs der Kennwerte dieser Garne dar, auf Grund derer Vorschläge für die inneren Normen der industriellen Herstellung erarbeitet wurden.

2. Technologische Versuchsbedingungen. Da den Garnen aus Chemiefasergemischen nach klassischen oder unkonventionellen Verfahren eine große Aufmerksamkeit geschenkt werden muß, vor allem was ihre Kennzeichen betrifft, welche die Gebrauchs- und Bequemlichkeitseigenschaften bestimmen, wurde ein Gemisch von Zellstofffaser, Polyester Typ AP₂ und künstliche Wolle (Melana) im Vergleich zu einem Zellstofffaser-Polyester Typ AP₂-Gemisch untersucht.

Die untersuchten Gemische und Fasern sind in Tabelle 1 dargestellt, und die Hauptcharakteristiken der angewandten Fasern vergleichend in Tabelle 2.

Die drei Faserarten wurden einzeln auf einem Schlagmaschinenaggregat Typ „Textima“ mit zwei Abschlagnpunkten verarbeitet, weiterhin wurden die Versuche nach dem Krempelspinnverfahren fortgeführt, mit Vermischen der Teile in Form von Bändern auf Streckwerken (in drei Zügen), gefolgt

Tabelle 1

Symbol	Faserart	Proportion %	Garnfeinheit T_t tex
A.1	Viskose P.e.s.-AP2	50 50	25
A.2	Viskose P.e.s.-AP2 Melana	33,34 16,66 50	25

Tabelle 2

Hauptcharakteristiken	Viskose	P.e.s.-AP2	Melana
Feinheit T_t (dtex)	1,6	1,65	1,67
Variationskoeffizient V_f (%)	6,3	4,2	4,4
Faserlänge mittlere (mm)	37,5	37,5	37,5
Variationskoeffizient V_L (%)	7,2	2,4	3,8
Festigkeit (cN)	3,6	7,62	4,56
Variationskoeffizient V_R (%)	16,5	15,9	7,2
Reissdehnung (%)	25,5	36,7	32,0

von der O.E.-Spinnmaschine mit einem Läufer Typ BD-200-RC oder vom Flyer und Ringspinnmaschine.

Für beide Spinnverfahren waren sechs Drehungsvarianten nötig, entsprechend den metrischen Drallkoeffizienten α_m von 105 ; 110 ; 115 ; 120 ; 130,

3. Methodologie der Datenbestimmung und -verarbeitung. Von den einer jeden Phase des technologischen Prozesses entsprechenden Halbferzigerzeugnissen wurden Problem entnommen zwecks Feststellung der qualitativen Charakteristiken nach den standardisierten Methoden, die Anzahl der Messungen wurde jedoch stark erhöht im Vergleich zu der gewöhnlich in den Kontrollplänen durchgeführten. Die nach den zwei Spinnverfahren erzielten Garne wurden Versuchen zur Bestimmung der physisch-mechanischen Hauptcharakteristiken und der Haarigkeit unterworfen. Ebenfalls wurden Photographien angefertigt, welche die Faseranordnung im Querschnitt der nach den zwei Spinnssystemen erzielten Garne hervorheben, wobei man folgende Indikatoren gebrauchte :

- a) die Mittelwerte der Komponentenverhältnisse nach der Faseranzahl ;
- b) der Schwankungskoeffizient der Fadenanzahl entsprechend den Komponenten aus gleichen Winkelsektoren ;
- c) die Mittelwerte und der Schwankungskoeffizient der Halbmesser entsprechend den Fasermittelpunkten im Vergleich zu den Garnmittelpunkten.

Zu diesem Zweck wurden die fotografierten Garnschnitte in je sechs gleiche Winkelsektoren eingeteilt [3]. Außer den Berechnungen zur Bestimmung der den Gruppierungs- und Verstreuungsindexen entsprechen-

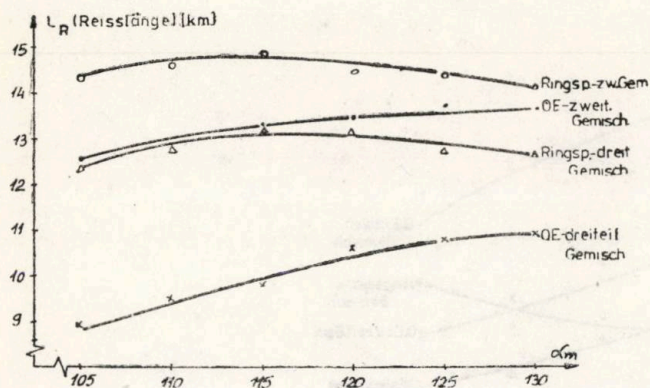


Abb. 1

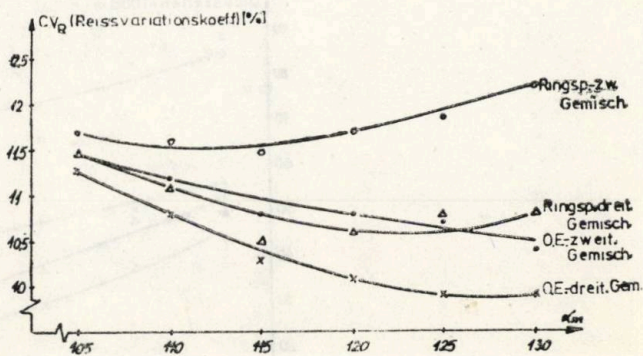


Abb. 2

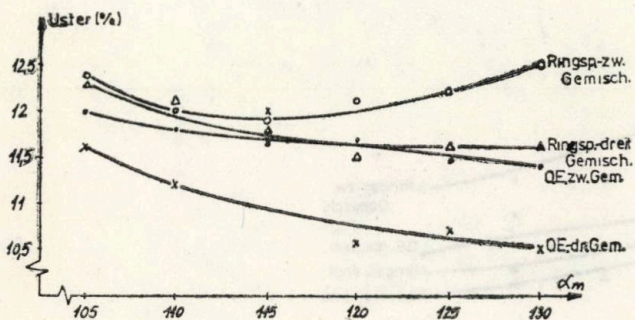


Abb. 3

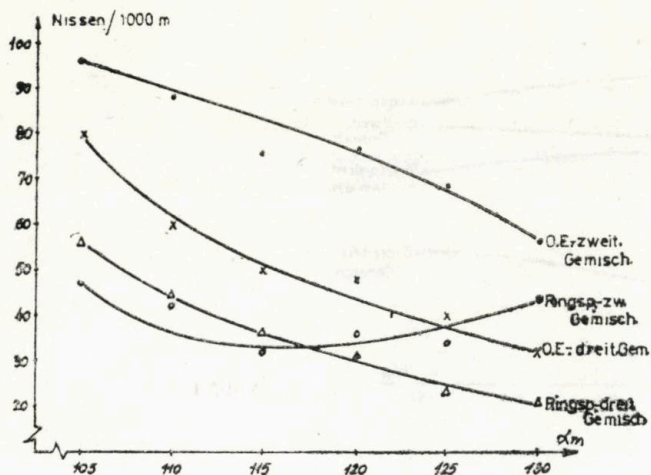


Abb. 4

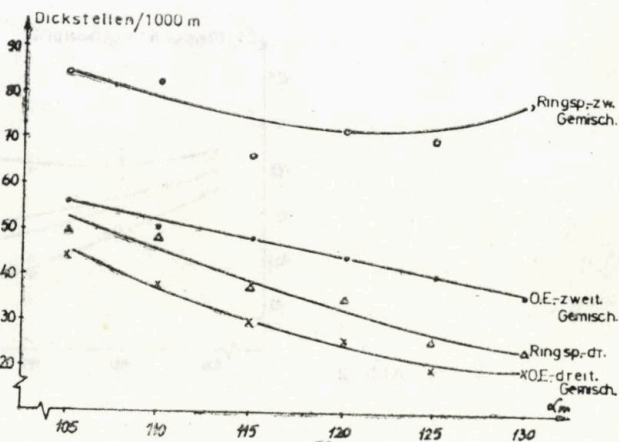


Abb. 5

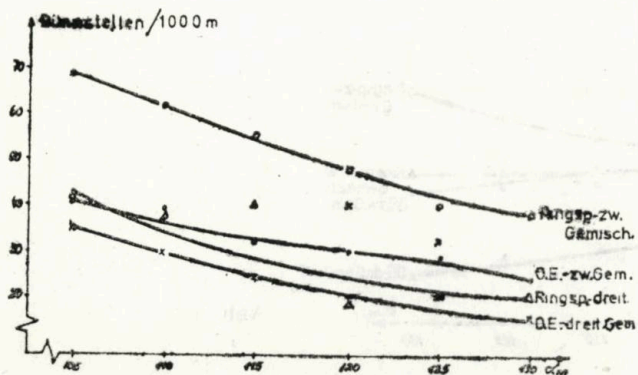


Abb. 6

den Werte wurde die Methode der einfaktoriellen und zweifaktoriellen Streuungsanalyse [4], [5] angewandt, um den Einfluß der Winkelsektoren oder der Faserart auf die Mittelwerte der Faserzahl zu prüfen. Für die Analyse der Bindungsstärke zwischen den verschiedenen Garncharakteristiken wurden die Korrelationskoeffizienten berechnet, während die Abhängigkeit der als resultierend angesehenen Charakteristiken von den faktoriellen Charakteristiken durch Regressionsgleichungen in Form von mehrfachen Potenzreihen ausgedrückt wurde, die aus den vom Rechner verarbeiteten Daten aufgestellt worden waren.

Tabelle 3

	Faserart	Feinheit T_t ktex	Variations- koeffizient	Lineare Ungleich- mässigkeit (%)	
				Mittlere	Qualitäts- stufen
Wickelwatte Schlagmaschine	Viskose	383	1,2	—	—
	P.e.s.-AP2	378	1,5	—	—
	Melana	375	1,7	—	—
Kardenband	Viskose	3,65	1,45	3,1	25
	P.e.s.-AP2	3,58	1,75	3,5	35
	Melana	3,53	1,65	3,4	45
Streckenband-pass. III	Gemisch.	3,51	1,56	3,4	40
Vergarn	Gemisch.	0,42	2,27	4,0	5

4. Ergebnisse und Erklärungen. 4.1. *Die qualitativen Kennwerte der Halbfertigerzeugnisse.* Tabelle 3 zeigt die Mittelwerte der Längendichte, der Ungleichmäßigkeit auf langen CV und kurzen (Uster) Stellen der Halbfertigerzeugnissen, sowie auch die Qualitätsstufen, die den internationalen entsprechen [6].

Die erzielten Ergebnisse lassen erkennen, daß für jede Phase des technologischen Herstellungsprozesses die Qualitätskennwerte der Halbfertigerzeugnisse den internationalen Anforderungen entsprechen und gute oder sehr gute Werte aufweisen.

4.2. *Einfluß des Drallkoeffizienten auf die wichtigsten Qualitätskennwerte der Garne.* Die Änderung der Reißlänge (berechnet auf Grund der Mittelwerte der Garnfestigkeit und -feinheit), der Ungleichmäßigkeit der Festigkeit (ausgedrückt in CV), sowie auch der Ungleichmäßigkeit und Fehlerstellen Uster in Abhängigkeit vom Drallkoeffizienten sind in den Abb. 1, 2, ..., 6 dargestellt. Daraus geht hervor:

a) Für die gleichen Werte des Drallkoeffizienten sind die Werte der Garnreißlänge des zweiteiligen Gemisches um 10,3...13,9% größer als die entsprechenden Werte des dreiteiligen Gemisches im Falle des klassischen Spinnverfahrens und um 19,8...28,9% größer im Falle des O. E.-Spinnverfahrens. Im Falle der O. E.-Garne aus dreiteiligem Gemisch wuchs beständig auch die Reißlänge mit dem Wert des Drallkoeffizienten, während bei

den auf der Ringspinnmaschine erzielten Garne die Reißlänge nur bis zu $\alpha_m = 115 \dots 120$ anwuchs, was als kritische Zone angesehen werden kann.

Auch im Falle der zweiteiligen Gemische, bei den nach dem klassischen Spinnverfahren hergestellten Garnen, wurde ein kritischer Wert für $\alpha_m = 115$ verzeichnet, während bei den O.E.-Garnen das Anwachsen der Reißlänge bis zu $\alpha_m = 125$ ($\alpha_p = 67,6$) kennzeichnend ist.

b) Bei beiden Gemischen, für die meisten Drallkoeffizientenwerte, sind die Werte der Schwankungskoeffizienten der Festigkeit geringer im Falle der mittels O.E.-Spinnmaschinen mit Läufer erhaltenen Garne.

c) Für die Mehrheit der untersuchten O.E.-Garnarten wurden geringere Werte der Ungleichmäßigkeit und der Fehlerstellen Uster mit dem Anwachsen des Drallkoeffizienten verzeichnet, vor allem im Falle des dreiteiligen Gemisches. Bei den klassischen Garnen sind die Schwankungen derselben Charakteristiken in Abhängigkeit vom Drallkoeffizienten ähnlich denen, die bei den O.E.-Garnen festgestellt wurden, ausgenommen die Schwankung der Fehlerstelle Uster und die Zahl der Fehlerstellen/1 000 m im Falle der Garne aus zweiteiligem Gemisch.

4.3. Kennzeichnung der Faserverteilung in den Garnquerschnitten.

Abb. 7 zeigt einen Querschnitt des auf der O.E.-Spinnmaschine hergestellten Fadens aus dreiteiligem Gemisch. Der Querschnitt ist in gleiche Winkelsektoren eingeteilt wie alle die Querschnitte sämtlicher Garnarten zur Bestimmung der Faserverteilungsindikatoren in den Querschnitten der mit demselben Drallkoeffizienten, $\alpha_m = 110$, experimentierten Garne.

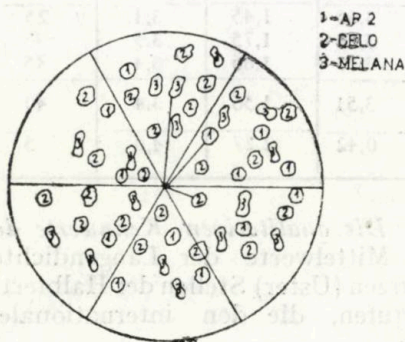


Abb. 7

Proportionen der Komponenten nach der Faseranzahl gegenüber den Komponenten nach der Masse.

b) Sowohl beim klassischen Faden als auch beim O.E.-Faden aus dreiteiligem Gemisch befinden sich die P.E.S.-und P.A.-Fasern in der Mittelzone, die Melanafasern (Fasern aus künstlicher Wolle) am Rand und die Zellstofffasern inzwischen.

c) Bei allen Garnarten ging für die Zellstofffaser die größte Verstreuung der Faseranzahl in den Winkelsektoren hervor; beim zweiteiligen Gemisch war die Streuung jedoch stärker bei den klassischen Garnen, während, beim dreiteiligen Gemisch eine größere Streuung bei den O.E.-Garnen beobachtet wurde.

d) Die Halbmesser der Fasermittelpunkte im Vergleich zu den Garnmittelpunkten sind größer bei den O.E.-Garnen, vor allem im Falle des dreiteiligen Gemisches, weil diese Garne voluminöser sind.

Tabelle 4

Gemischen und Spinnsystem Indikatoren		Garn aus zweiteiligen Gemische		Garn aus dreiteiligen Gemische	
		Ringspinnmaschine	O.E.	Ringspinnmaschine	O.E.
Mittelwerte der Komponentenverhältnisse nach Faseranzahl	P.e.s.-AP2	53,4	48,2	16,5	15,4
	Viskose	46,6	51,8	32,6	32,8
	Melana	—	—	50,9	51,8
Mittelwerte der Radius den Fasermittelpunkten zu den Garnmittelpunkt	P.e.s.-AP2	22,18	23,2	20,9	26,7
	Viskose	23,4	25,3	22,6	28,0
	Melana	—	—	23,8	29,1
Variationskoeffizient der Radius	P.e.s.-AP2	37,7	39,9	43,4	34,5
	Viskose	38,2	40,8	47,5	33,3
	Melana	—	—	39,6	30,4
Variationskoeffizient der Faseranzahl	P.e.s.-AP2	40,5	36,6	24,8	31,1
	Viskose	49,1	37,7	33,6	41,3
	Melana	—	—	18,5	23,9

Tabelle 5

Gemischen	Spinnsystem	Regressionsgleichungen	Korrelationskoeffizient	Mittelwerte	
				Real	Einschätz.
50 % Viskose + 50 % P.e.s.-AP2	Ringspinnmaschine	$L_R = -27,149 + 0,725\alpha_m - 0,00314\alpha_m^2$	0,95	14,43	14,43
		$CV_R = 40,714 - 0,516\alpha_m + 0,00228\alpha_m^2$	0,989	11,76	11,76
		$D = -28,153 + 0,723\alpha_m - 0,00316\alpha_m^2$	0,995	12,93	12,93
	O.E.	$U = 121,64 - 2,47\alpha_m + 0,018\alpha_m^2 - 425,10^{-7}\alpha_m^3$	0,970	12,18	12,18
		$L_R = 28,077 - 0,393CV_R - 0,7405U$	0,990	14,43	14,44
		$L_R = -14,798 + 0,432\alpha_m - 0,00164\alpha_m^2$	0,996	13,18	13,18
50 % Melana + 33,34 % Viskose + P.e.s.-AP2	Ringspinnmaschine	$CV_R = 27,36 - 0,2412\alpha_m + 0,00085\alpha_m^2$	0,971	10,9	10,89
		$D = 16,036 - 0,0661\alpha_m + 0,00036\alpha_m^2$	0,972	13,21	13,20
		$U = 18,088 - 0,0882\alpha_m + 0,00028\alpha_m^2$	0,973	11,68	11,67
	O.E.	$L_R = 25,23 - 1,10526CV_R$	0,96	13,18	13,18
		$L_R = -143,52 + 3,5\alpha_m - 0,025\alpha_m^2 + 602,10^{-7}\alpha_m^3$	0,95	12,77	12,77
		$CV_R = 120,8 - 2,3\alpha_m + 0,015\alpha_m^2 - 324,10^{-3}\alpha_m^3$	0,978	10,87	10,87
	Ringspinnmaschine	$D = -42,14 + 1,005\alpha_m - 0,0055\alpha_m^2 + 54,10^{-7}\alpha_m^3$	0,997	12,91	12,9
		$U = 44,696 - 0,533\alpha_m + 0,002141\alpha_m^2$	0,974	11,8	11,8
		$L_R = 22,825 - 0,785CV_R - 0,129U$	0,970	12,77	12,77
	O.E.	$L_R = -22,9 + 0,478\alpha_m - 0,001677\alpha_m^2$	0,992	10,04	10,10
		$CV_R = 39,55 - 0,434\alpha_m + 0,00157\alpha_m^2$	0,995	10,33	10,33
		$D = -22,9 + 0,566\alpha_m - 0,002212\alpha_m^2$	0,992	12,91	12,91
	O.E.	$U = 25,55 - 0,2082\alpha_m + 0,0007135\alpha_m^2$	0,989	10,98	10,98
		$L_R = 9,2 - 1,48212CV_R - 0,3579U$	0,971	10,4	10,45

e) Die Ungleichmäßigkeit der Halbmesser der Fasermittelpunkte gegenüber den Garnmittelpunkten unterscheidet sich nicht merklich bei den Varianten aus zweiteiligem Gemisch, sie ist aber viel größer bei den klassischen Garnen aus dreiteiligem Gemisch.

f) Mit einer statistischen Sicherheit von 95 % wurden die unbegründeten Hypothesen zurückgewiesen, nach denen es einen Einfluß der Winkel-sektoren der Querschnitteinteilung oder der Faserart auf die Mittelwerte der Faseranzahl gäbe.

4.4. *Abhängigkeitsbeziehungen zwischen den Qualitätskennwerten der Garne.* Tabelle 5 zeigt die Regressionsgleichungen in Form von mehrfachen Potenzreihen, welche die Beziehung zwischen den Qualitätscharakteristiken der Garne in Abhängigkeit vom Drallkoeffizienten ausdrücken, sowie auch die Beziehungen zwischen Reißlänge, Schwankungskoeffizient der Festigkeit und der Fehlerstelle Uster.

Die Tabelle stellt ebenfalls die Werte der Korrelationskoeffizienten dar, sowie auch die Mittelwerte, welche im Vergleich zu den durch Regressionsgleichungen eingeschätzten Mittelwerten bestimmt wurden. Aus den dargestellten Beziehungen ist ersichtlich, daß der Einfluß des Drallkoeffizienten kennzeichnend für alle analysierten Charakteristiken ist und daß die Korrelationen zwischen den Charakteristiken sehr stark sind.

5. **Schlußfolgerungen.** 1. Die Verarbeitung der dreiteiligen Gemische aus einheimischen Chemiefasern schließt keine wesentlichen Unterschiede im Vergleich zur Verarbeitung der zweiteiligen Gemische ein, und die Charakteristiken der neuen, nach klassischem oder O.E.-Spinnverfahren erzielten Garnarten werden stark vom Wert des Drallkoeffizienten beeinflusst.

2. Die vorrangige Anordnung der Zellstofffasern im Falle des zweiteiligen Gemisches und der Melanafasern (Fasern aus künstlicher Wolle) im Falle des dreiteiligen Gemisches bedingt die Anwendungsweise der Garne, ausgehend von den Eigenschaften der Fasern, die der Außenseite zu wandern.

3. Die aufgestellten Abhängigkeitsbeziehungen zwischen den verschiedenen Qualitätskennwerten der Garne können beim Entwurf der Garne aus den untersuchten Faserarten verwendet werden.

Eingegangen am 4. Oktober 1983

Technische Hochschule, Jassy,
Lehrstuhl für Spinnerei-Weberei,

LITERATURVERZEICHNIS

1. * * * Textil Praxis, 1, 12 (1981).
2. * * * Chemiefasern / Textilindustrie, 3, 140 (1982).
3. Lünenschloss J. W., Melliand Textilberichte, 9, 648 (1969).
4. Scheffe H., *The Analysis of Variance*. J. Wiley, New York, 1959.
5. Drapper A., Smith, H., *Applied Regression Analysis*. J. Wiley, New York, 1976.
6. * * * News Uster Bulletin, 31 (1982).

CERCETĂRI ASUPRA CARACTERISTICILOR UNOR NOI TIPURI DE FIRE DIN AMESTECURI DE FIBRE CHIMICE INDIGENE OBTINUTE PE SISTEME CLASICE ȘI NECONVENȚIONALE

(Rezumat)

Se prezintă rezultatele cercetărilor privind caracteristicile principale ale unor noi tipuri de fire obținute pe mașini de filat cu inele și mașini de filat, O.E. cu rotor, analizându-se distribuția fibrelor în secțiunile transversale ale firelor experimentate.

SYSTÈMES NON-LINÉAIRES DE CAMES POUR DES MACHINES À TRICOTER CIRCULAIRES INTERLOCK À 96 SYSTÈMES

PAR

COSTEA BUDULAN et LUCIA ANDRIEȘAN

1. Introduction. Les recherches des spécialistes ont porté, partiellement, ces dernières années, sur l'équipement des métiers circulaires à grand diamètre avec un nombre croissant de systèmes aussi que sur l'augmentation des vitesses périphériques des fontures à aiguilles. L'action conjuguée de ces deux directions vise à l'accroissement du rendement des machines à tricoter.

L'augmentation de la vitesse de la machine à tricoter est rendue possible par un contrôle rigoureux de la trajectoire de l'aiguille ainsi que par une définition strictement mathématique du profil des cames.

Le présent article traite de la projection des systèmes de cames du cylindre et du disque d'une machine interlock à 96 systèmes, l'établissement du projet étant réalisé à l'aide de l'ordinateur électronique.

2. Considérations théoriques. Les données à partir desquelles on procède à l'établissement du projet d'un système de cames sont les caractéristiques techniques du métier et le type d'aiguille utilisé.

Parmi les caractéristiques techniques, ce sont le diamètre de la machine et le nombre de systèmes dont on va l'équiper qui intéressent pour le début.

Ces deux données permettent le calcul de la longueur théorique du système de cames

$$(1) \quad L_t = \frac{\pi D}{S},$$

où D — diamètre de la machine, S — nombre de systèmes.

Mais, généralement, c'est la longueur réelle du système de cames qu'on prend en considération est non la longueur théorique, vu la zone de changement des aiguilles détériorées qu'on doit prendre en considération. La longueur réelle sera

$$(2) \quad L_r = L_t - L_s,$$

où L_s — le raccourcissement du système.

C'est la valeur L_r qui entrera dans nos calculs. Le type de l'aiguille employée fournira des informations sur la course de l'aiguille h lors d'un cycle de tricotage.

Le système de cames des machines à tricoter circulaires type interlock est formé de cames de montée-arrêt, de cames de chute, de cames d'ascension et de guidage.

Les machines interlock sont des métiers à double fonture (cylindre et plateau) dont les aiguilles ont des trajectoires différentes suivant la fonture, ce qui fait que le calcul de projection soit différent et donc séparément présenté.

Pour définir le profil des cames du cylindre et du plateau du métier à tricoter nous avons choisi, parmi les nombreuses courbes mathématiques fréquemment employées dans le calcul de projection, celles du type sinusoïdal. Les fonctions sinus utilisées sont composées de fonctions à fréquences différentes.

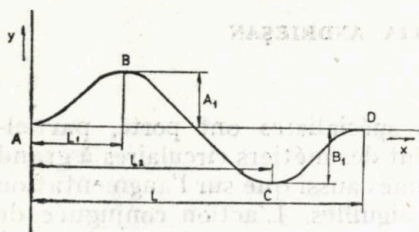


Fig. 1

2.1. Étude des cames du cylindre du métier à tricoter. La fig. 1 présente l'allure générale du système de cames où la courbe AB définit le profil de la came de montée-arrêt, la courbe BC définit le profil de la came de chute et la courbe CD, le profil de la came d'ascension. On considère que l'axe des abscisses coïncide à l'arête d'abattage.

AB — amplitude A_1 [mm], longueur L_1 [mm];

BC — amplitude $A_1 + |B_1|$ [mm], longueur $L_2 - L_1$ [mm];

CD — amplitude B_1 [mm], longueur $L - L_2$ [mm].

Les fonctions sinus propres à l'établissement d'un projet, réalisent les conditions cinématiques de continuité suivantes :

$$(3) \quad y'(0) = y'(L_1) = 0; \quad y''(0) = |y''(L_1)|.$$

L'expression analytique de la fonction sinus définissant le profil de la came de montée-arrêt (AB) est

$$(4) \quad \begin{aligned} y_1(x) &= \frac{A}{2} + \frac{A}{2} \sin \frac{\pi}{L_1} \left(x - \frac{L_1}{2} \right), & 0 \leq x \leq L_1; \\ y_1'(x) &= \frac{A}{2} \frac{\pi}{L_1} \cos \frac{\pi}{L_1} \left(x - \frac{L_1}{2} \right), & 0 \leq x \leq L_1; \\ y_1''(x) &= -\frac{A}{2} \left(\frac{\pi}{L_1} \right)^2 \sin \frac{\pi}{L_1} \left(x - \frac{L_1}{2} \right). \end{aligned}$$

Il en résulte que pour

$$x=0, \quad y=0, \quad y'=0, \quad y'' = \frac{A}{2} - \left(\frac{\pi}{L_1} \right)^2,$$

et pour

$$x=L_1, \quad y=A, \quad y'=0, \quad y''=-\frac{A}{2}\left(\frac{\pi}{L_1}\right)^2.$$

La came de chute BC sera définie par une fonction sinus répondant aux conditions suivantes:

$$(5) \quad \begin{aligned} y_2(L_1) &= A, & y_2(L_2) &= -B, \\ y_2'(L_1) &= 0, & y_2'(L_2) &= 0, \\ y_2''(L_1) &= -\frac{A}{2}\left(\frac{\pi}{L_1}\right)^2; & y_2''(L_2) &\neq 0. \end{aligned}$$

La fonction sinus correspondant à ces conditions sera

$$y_2(x) = \frac{A-B}{2} + a \sin \frac{\pi}{L_2-L_1} \left(x - \frac{L_1+L_2}{2} \right) + b \sin \frac{3\pi}{L_2-L_1} \left(x - \frac{L_1+L_2}{2} \right),$$

$$L_1 \leq x \leq L_2, \quad A \leq y \leq -B;$$

a et b sont des constantes qui seront déterminées à partir des conditions imposées à la première extrémité de l'intervalle ($x=L_1$). Il en résulte, pour les deux constantes, les relations

$$(7) \quad a = \frac{1}{8} \left[\frac{A}{2} \left(\frac{L_2+L_1}{L_1} \right)^2 - \frac{9A+B}{2} \right], \quad b = -\frac{1}{8} \left[\frac{A+B}{2} - \frac{A}{2} \left(\frac{L_2+L_1}{L_1} \right)^2 \right],$$

$$y_2''(L_2) = \frac{A}{2} \left(\frac{\pi}{L_1} \right)^2.$$

La came d'ascension sera définie par une fonction sinus remplissant les conditions cinématiques de continuité

$$(8) \quad \begin{aligned} y_3(L_2) &= B, & y_3(L) &= 0, \\ y_3'(L_2) &= 0, & y_3'(L) &= 0, \\ y_3''(L_2) &= y_2''(L_2) = \frac{A}{2} \left(\frac{\pi}{L_1} \right)^2; & y_3''(L) &\neq 0. \end{aligned}$$

L'expression analytique de la fonction propre à définir le profil de la came d'ascension est

$$(9) \quad y_3(x) = -\frac{B}{2} + c \sin \frac{\pi}{L_2-L_1} \left(x - \frac{L+L_2}{2} \right) + d \sin \frac{3\pi}{L-L_2} \left(x - \frac{L+L_2}{2} \right),$$

$$L_2 \leq x \leq L, \quad B \leq y \leq 0.$$

Les constantes c et d seront explicitées en imposant au point $x=L$, les conditions cinématiques de continuité, de sorte qu'il en résulte

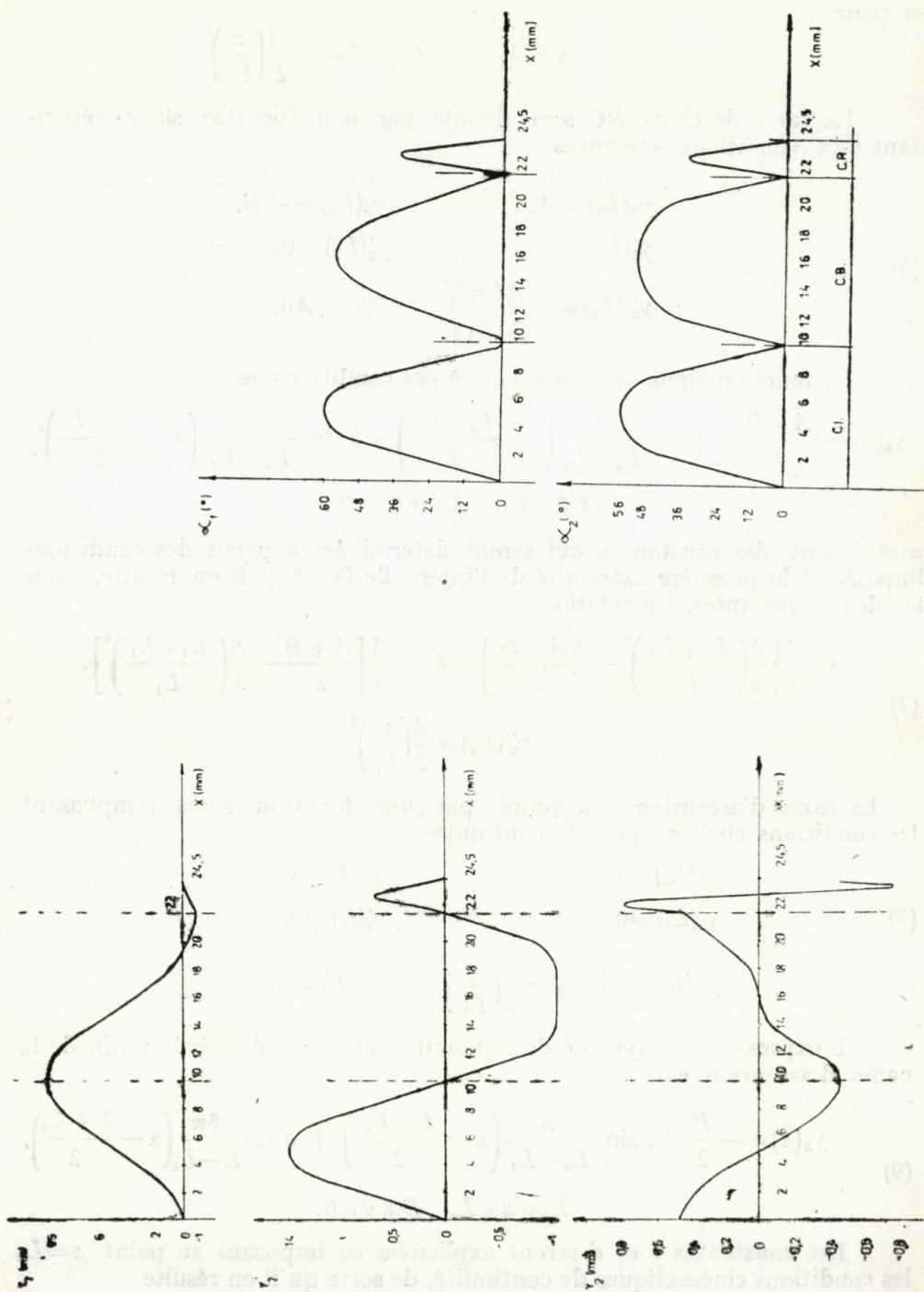


Fig. 3

Fig. 2

$$(10) \quad c = -\frac{1}{8} \left[\frac{A}{2} \left(\frac{L-L_2}{L_1} \right)^2 - \frac{9B}{2} \right], \quad d = -\frac{1}{8} \left[\frac{A}{2} \left(\frac{L-L_2}{L_1} \right)^2 - \frac{B}{2} \right].$$

Dans le point $x=L$ la dérivée seconde a l'expression

$$(11) \quad y''(L) = -\frac{A}{2} \left(\frac{\pi}{L_1} \right)^2.$$

La trajectoire de la tête de l'aiguille et celle des dérivées successives qui offrent les composantes du mouvement est présentée dans la fig. 2 ; la fig. 3 donne la variation de l'angle de pression.

2.2. Étude des cames du plateau du métier à tricoter. Le projet des cames de du plateau du métier à tricoter sera établi en utilisant les mêmes types de fonctions sinusoïdales compte tenant des particularités du mouvement des aiguilles.

Lors d'un cycle de tricotage les aiguilles du plateau ont des mouvements strictement radiaux.

La longueur d'un système de cames du plateau est inférieure à celle du système de cames du cylindre étant donné que la longueur de l'arc de cercle décrit par la tête de l'aiguille est supérieure à la longueur de l'arc de cercle décrit par le talon de l'aiguille.

Au cas de la machine interlock il faut prendre en considération le fait que dans le plateau aussi que dans le cylindre on exécute deux niveaux de cames—conformément aux aiguilles longues et courtes. La longueur du système de cames qui exécute le déplacement des aiguilles longues est inférieure à celle du système de cames qui détermine le déplacement des aiguilles courtes. Le profil des cames sera défini à l'aide des coordonnées polaires.

Le système (fig. 4) est constitué des trois cames dont il a été question au cas du cylindre (fig. 1). Les caractéristiques des trois cames sont les suivantes :

came de montée-arrêt	AB	$r_2 - r_1$ [mm],	φ_1 [rad],
came de chute	BC	$r_2 - r_3$ [mm],	$\varphi_2 - \varphi_1$ [rad];
came d'ascension	CD	$r_1 - r_3$ [mm],	$\varphi_3 - \varphi_2$ [rad].

Les fonctions sinus qui définissent les profils de cames répondent aux mêmes conditions cinématiques et de continuité que celles dont il a été question au cas du cylindre ;

$$(12) \quad r'(0) = r'(\varphi_i) = 0; \quad r''(0) = |r''(\varphi_i)|.$$

Pour la came de montée-arrêt $|AB|$ on emploiera l'expression analytique

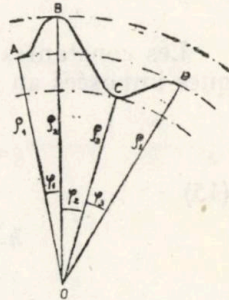


Fig. 4

$$(13) \quad r(\varphi) = \frac{r_2 + r_1}{2} + \frac{r_2 - r_1}{2} \sin \frac{\pi}{\varphi_1} \left(\varphi - \frac{\varphi_1}{2} \right), \quad \varphi \in [0, \varphi_1] \text{ et } r \in [r_1, r_2].$$

La came de chute BC sera définie d'une manière identique qu'au cas du cylindre, à l'aide de la fonction sinus

$$(14) \quad r(\varphi) = \frac{r_2 + r_3}{2} + g \sin \frac{\pi}{\varphi_2 - \varphi_1} \left(\varphi - \frac{\varphi_2 + \varphi_1}{2} \right) + \\ + h \sin \frac{3\pi}{\varphi_2 - \varphi_1} \left(\varphi - \frac{\varphi_2 + \varphi_1}{2} \right), \quad \varphi \in [\varphi_1, \varphi_2], \quad r \in [r_3, r_2].$$

Les constantes g et c sont déduites à partir des conditions cinématiques imposées au point B , à savoir

$$(15) \quad g = -\frac{1}{16} \left[9(r_2 - r_3) - (r_2 - r_1) \left(\frac{\varphi_2 - \varphi_1}{\varphi_1} \right)^2 \right], \\ h = -\frac{1}{16} \left[(r_2 - r_3) - (r_2 - r_1) \left(\frac{\varphi_2 - \varphi_1}{\varphi_1} \right)^2 \right].$$

La fonction sinus qui définit le profil de la came d'ascension CD présente l'expression analytique

$$(16) \quad r(\varphi) = \frac{r_1 + r_3}{2} + m \sin \frac{\pi}{\varphi_3 - \varphi_2} \left(\varphi - \frac{\varphi_3 + \varphi_2}{2} \right) + n \sin \frac{3\pi}{\varphi_3 - \varphi_2} \left(\varphi - \frac{\varphi_3 + \varphi_2}{2} \right), \\ \varphi \in [\varphi_2, \varphi_3], \quad r \in [r_3, r_1].$$

En imposant au point C les conditions cinématiques de continuité on obtient

$$(17) \quad m = \frac{1}{16} \left[9(r_1 - r_3) - (r_2 - r_1) \left(\frac{\varphi_3 - \varphi_2}{\varphi_1} \right)^2 \right], \\ n = \frac{1}{16} \left[(r_1 - r_3) - (r_2 - r_1) \left(\frac{\varphi_3 - \varphi_2}{\varphi_1} \right)^2 \right].$$

On présente dans la fig. 5 la trajectoire du talon de la longue aiguille du plateau et la première et la seconde dérivée que l'on emploiera dans le calcul de la vitesse et de l'accélération; la fig. 6 présente la variation de l'angle de pression aux cas des comes qui définissent les trajectoires des aiguilles longues (fig. 6 a) et des aiguilles courtes (fig. 6 b).

3. Résultats. Les dimensions du système de comes au cas des aiguilles du cylindre ont eu les valeurs suivantes:

$$A = 9,5 \text{ mm}, \quad B = 1 \text{ mm}, \quad L_1 = 10 \text{ mm}, \\ L_2 = 22 \text{ mm}, \quad L = 24,5 \text{ mm}.$$

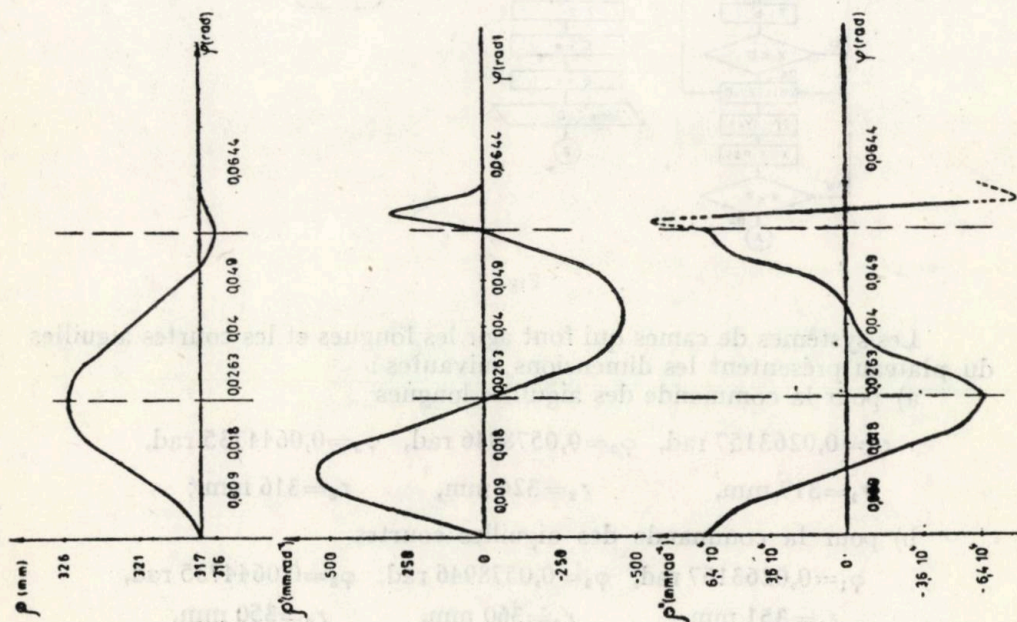


Fig. 5

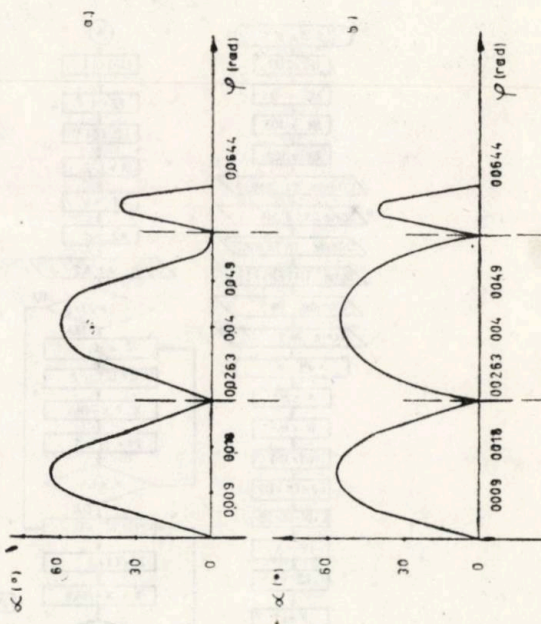


Fig. 6

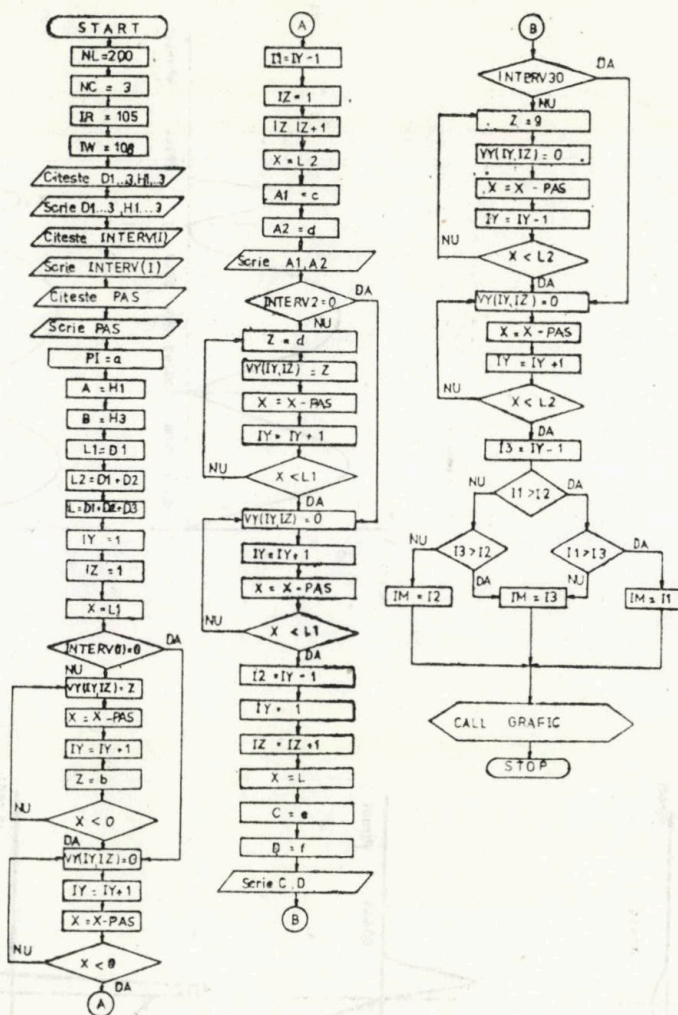


Fig. 7

Les systèmes de cames qui font agir les longues et les courtes aiguilles du plateau présentent les dimensions suivantes :

a) pour la commande des aiguilles longues

$$\varphi_1=0,0263157 \text{ rad}, \quad \varphi_2=0,0578946 \text{ rad}, \quad \varphi_3=0,0644735 \text{ rad},$$

$$r_1=317 \text{ mm}, \quad r_2=326 \text{ mm}, \quad r_3=316 \text{ mm};$$

b) pour la commande des aiguilles courtes

$$\varphi_1=0,0263157 \text{ rad}, \quad \varphi_2=0,0578946 \text{ rad}, \quad \varphi_3=0,0644735 \text{ rad},$$

$$r_1=351 \text{ mm}, \quad r_2=360 \text{ mm}, \quad r_3=350 \text{ mm}.$$

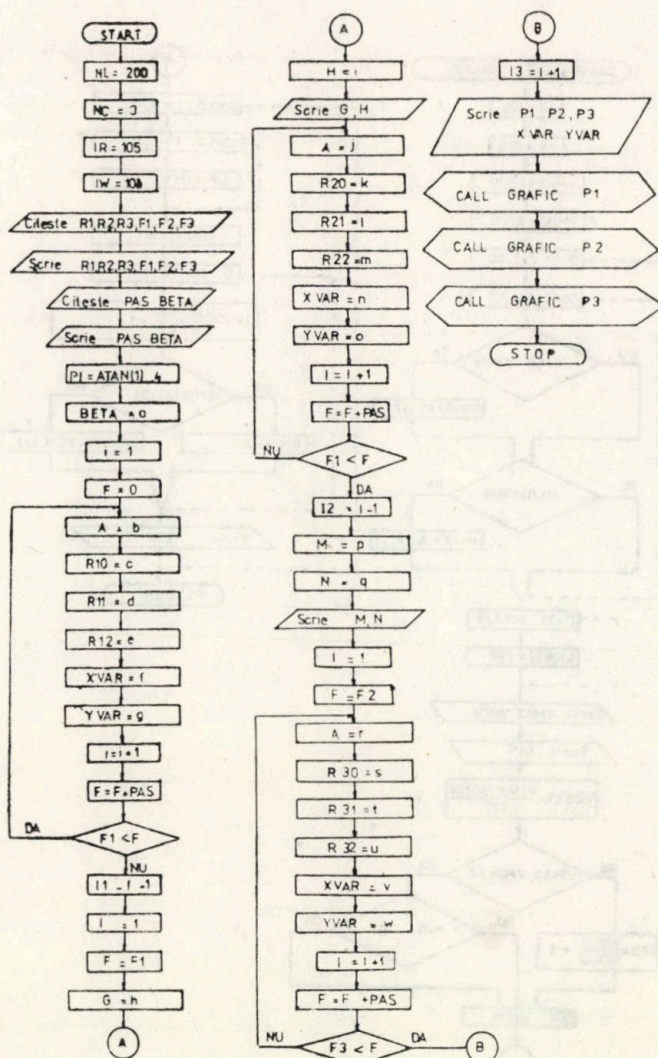


Fig. 8

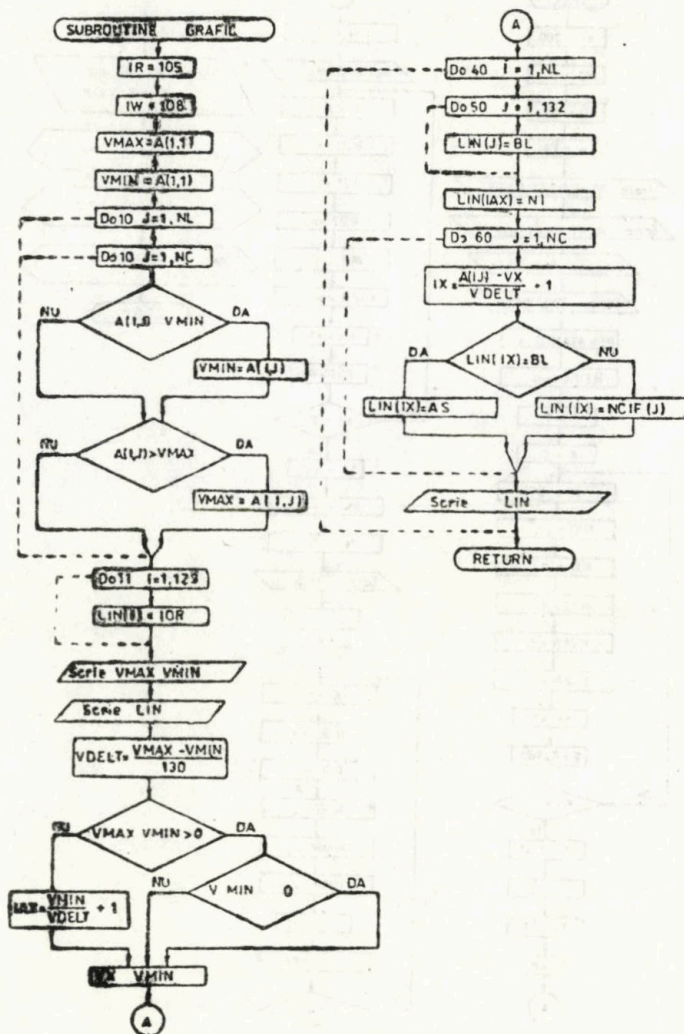


Fig. 9

Étant donné que les systèmes de cames sont calculés à partir de données strictement mathématiques, la précision dans le calcul est obligatoire, vu que pour l'obtention d'une trajectoire si exacte que possible le pas de calcul doit être minimal.

Le calcul mathématique est facilité grâce à l'emploi de l'ordinateur électronique FELIX-256. On y a conçu des programmes distinctes pour la résolution des systèmes de cames du cylindre et du plateau du métier à tricoter. Ces programmes rendent possible la résolution séquentielle du système (came à came).

La fig. 7 présente le schéma logique de la résolution des systèmes de cames appartenant au cylindre du métier. Le pas de calcul employé est de $5 \cdot 10^{-2}$ mm. Ce pas minimal est également nécessaire pour l'obtention d'un profil si précis que possible à l'aide de la machine à fraiser à programme numérique sur laquelle on exécute les cames.

Le programme mis au point pour la résolution des cames du plateau (fig. 8) comprend aussi la conversion des coordonnées polaires en coordonnées cartésiennes, nécessité évidente d'ailleurs vu que la grande majorité des machines à fraiser à programme numérique fonctionnent dans les limites de ces dernières. Le pas de calcul employé dans ce cas est de $2 \cdot 10^{-4}$ rad.

Avant l'exécution il est nécessaire d'analyser au moins du point de vue cinématique le système de cames projeté. C'est la raison pour laquelle on a ajouté aux programmes une sous-routine (fig. 9) en vue du traçage des graphiques de la trajectoire et des dérivées successives.

On obtient de la sorte une image sur le comportement dont le système projeté fera épreuve. Dans l'exécution des cames sur des fraiseuses à programme numérique, les données offertes par l'ordinateur sont converties dans le langage propre de la machine, en employant des rubans de papier perforé à 8 rangs. Le choix de l'outil à découper s'avère très important ; il est nécessaire que son diamètre soit moindre ou tout au plus égal au rayon minimal de courbure du profil. Au montage des cames sur le support, des restrictions s'imposent en vue de l'obtention d'un chemin de cames du talon de sorte que le jeu de celui-ci le long du système soit entre $5 \cdot 10^{-2}$ mm et 0,1 mm. La fig. 10 présente le système de cames réalisé pour le cylindre du métier à tricoter.

4. Conclusions. Les systèmes de cames à profils non-linéaires peuvent être employés à grands avantages au cas des métiers à tricoter circulaires interlock dans les limites des vitesses de travail allant de 1,0 jusqu'à $1,25 \text{ ms}^{-1}$. La durée de fonctionnement des aiguilles s'accroît étant donné la disparition de l'impact entre l'aiguille et le profil de la came au cas du changement de la direction de déplacement.

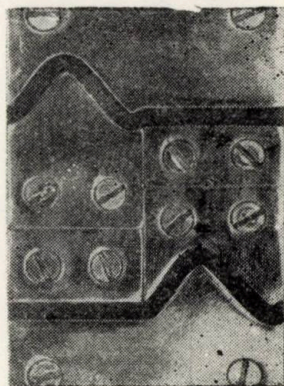


Fig. 10

Le bruit produit lors du fonctionnement de cette machine est moindre qu'au cas des machines traditionnelles.

Requ le 4 Avril, 1983

Institut Polytechnique, Jassy,
Chaire de Bonneterie—Confections

BIBLIOGRAPHIE

1. Budulan C., *Prispevky k teorii zdrihove zavistosti zamku u velkoprumerovych pletacích stroju*. Thèse, Liberec — VSST, R.S.C., 1977.
2. Budulan C., *Proiectarea camelor cu profil curbiliniu la mașini circulare de tricotat cu diametru mare*. Industria Ușoară, 2 (1977).
3. Budulan C., Ciocoiu M., Ofirim D., *Proiectarea camelor curbilinii asistată de calculator*. Industria Ușoară, 10 (1981).

SISTEME NELINIARE DE CAME PENTRU MAȘINILE DE TRICOTAT CIRCULARE INTERLOCK ECHIPATE CU 96 SISTEME

(Rezumat)

Prezenta lucrare tratează proiectarea camelor din cilindru și discul unei mașini interlock echipată cu 96 sisteme. Pentru proiectare au fost utilizate funcțiile sinusoidale compuse. În cilindru s-au folosit pentru calcule coordonatele carteziene, iar în disc cele polare. Calculele au fost executate pe calculatorul electronic FELIX-256. Camele au fost realizate pe o mașină de frezat cu program numeric.

RESEARCHES ON THE POSSIBILITIES OF USING THE ROTARY RING IN SPINNING PROCESS

BY

LIVIA HARGHEL

One of the solutions regarding the elimination or the decrease of negative effects, which are due to the friction of the cursor on the ring — in the twisting-winding process—at the ring frame or twisting machine — is the suspension of the ring on an air bearing and its drive until a rotation synchronous with the traveller one.

The ring mounted on an air cushion is driven in a rotary motion by the friction moment created between the traveller and ring, which defeats the fluid friction moment set up between the two elements of the bearing.

The journal bearing, achieved with a fluid friction duty allows as the surfaces of frames in their relative movement be completely separated by a layer of lubricant, which takes over the exterior charging by the agency of the pressure created.

These alter qualitatively the contact phenomena, decreases the friction and contributes to the dissipation of heat resulted through friction. The fluid friction can be achieved relying on the autoportant effect or through the air feed under pressure from an exterior source (gazostatic bearings), which work at the thickness of clearance $h_0 = 0.02 \dots 0.03$ mm.

Conical, spherical, double conical and double spherical bearings with various constructive varieties have been designed, among them the double conical and double spherical bearings, presented in Figs. 1...3. The double spherical bearing has been achieved in two constructive varieties, one of these containing a supplementary ring for the fixing of the spinning ring, fact which allows to alter the spinning ring diameter.

Calculations regarding the virtually and theoretically designing of these bearings, establishing their lifting power and stiffness have been carried out. For the radial-axial gazostatic bearing with spherical surfaces a calculation organigramma through a numerical method was used.

The study on the work of these bearings made necessary, for the bearing, to set off the constructive qualities achieved and the execution accuracy.

For making obvious these aspects, it have been established the data from Table 1, relying on the diagram of non-parallelism and of the bearing components.

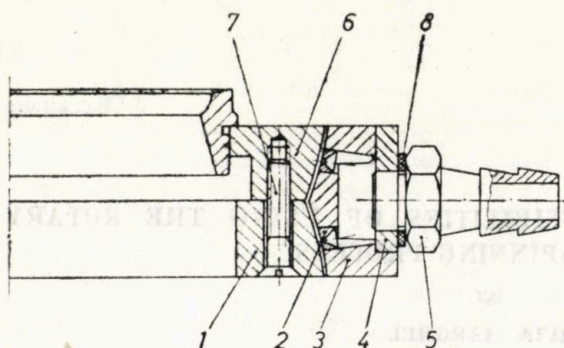


Fig. 1 — Double spherical bearing for the ring suspension.

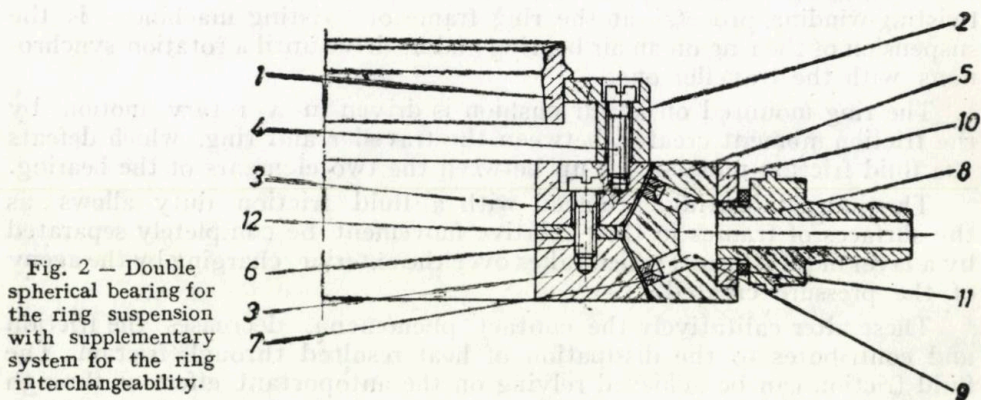


Fig. 2 — Double spherical bearing for the ring suspension with supplementary system for the ring interchangeability.

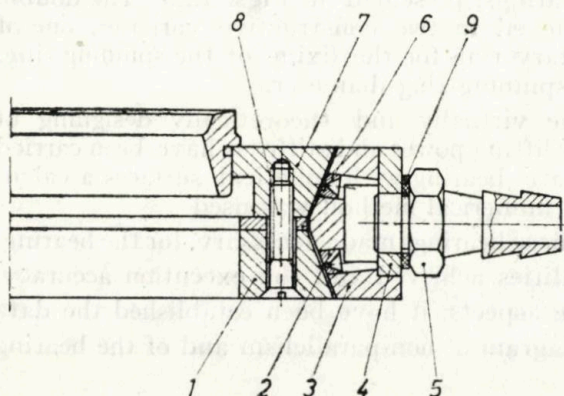


Fig. 3 — Double conical bearing for the ring suspension.

Table 1

Aspects regarding the execution accuracy of the bearings with suspension of the ring used in this test

Type of bearing	Components	Out of round μm	Non-parallelism on the circumference μm	Non-parallelism on the width μm
Spherical bearing R I	Superior internal ring	7.8	9	3
	Inferior internal ring	6.0	10	2
	Superior and inferior ring	5.0	5	2
		4.0		
Spherical bearing R II	Superior internal ring	6.0	10	2
	Inferior internal ring	6.0	7	3
	Superior and inferior ring	4.0	6	3
		4.0		
Conical bearing R III	Superior internal ring	5.0	3	2
	Inferior internal ring	3.6	3	1
	Superior and inferior ring	4.5	4	3
		4.0		

The fact that the out of round and non-parallelisms have higher values at double spherical bearing and especially at the bearing I, allows the correlation of this aspect with the deficient work of this bearing in accordance with the subsequent observations.

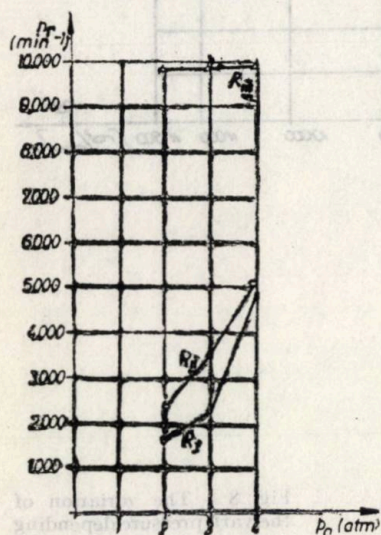


Fig. 4 — The variation of the number of ring rotations at the three types of bearings depending on the supply pressure.

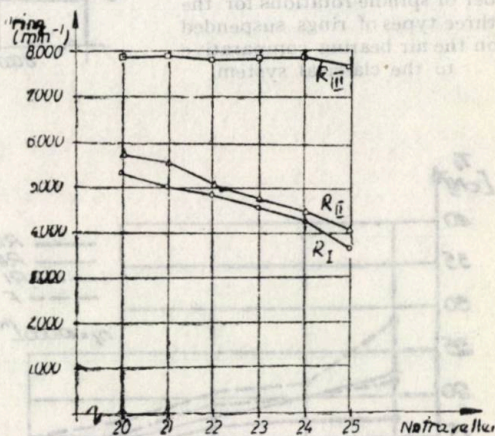


Fig. 5 — The variation of the number of ring rotations depending on the mass of the traveller for the three types of bearings.

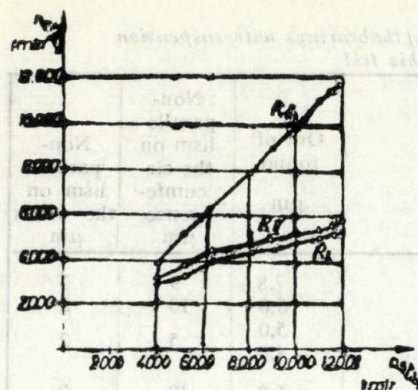


Fig. 6—The variations of the number of ring rotations depending on the number of rotations of the spindle and traveller for the three types of bearings.

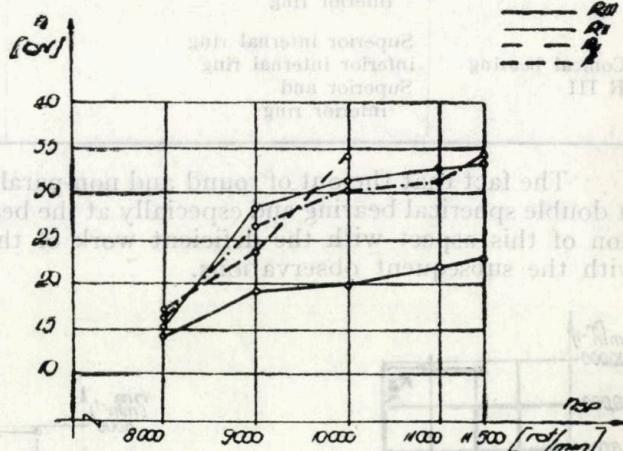


Fig. 7 — The variation of the yarn pressure in the spinning process depending on the number of spindle rotations for the three types of rings suspended on the air bearing comparative to the classical system.

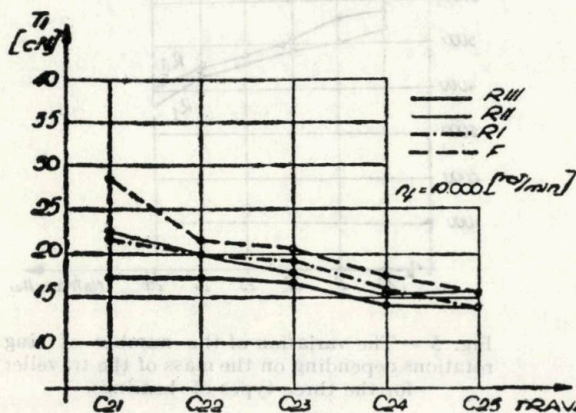


Fig. 8 — The variation of the yarn pressure depending on the mass of the traveller for the three types of rings suspended on the air bearing comparative to the classical system.

In the first part of the experiments we have investigated the number of rotations of the rings suspended on these bearings driven through the traveller friction on the ring (the traveller movement being generated by the yarn) for making obvious both the designing optimization of these bearings and the performances achieved by each type, as a result of the shape and accuracy of execution. It must be mentioned that at the double conical bearing for the working accuracy achieved was not necessary the introduction of the running-in operation.

The number of rotation of the rings has been established stroboscopically for different values of the supply pressure using the same number of traveller (24—with the same mass) and is presented graphically in Fig. 4. Relying on the fact that the ring is driven owing to the friction moment created between this one and traveller, the number of ring rotations was studied as a result of the traveller mass alteration and is presented in Fig. 5.

Also, for making obvious which of the three constructive types of ring designed presents superior performances, it have been studied the variations of the ring number of rotations depending on the journal and traveller number of rotation (Fig. 6).

It can be observed that the double conical bearing has the best behaviour, allowing the achievement of a ring number of rotations synchronous with the traveller's one.

With the three types of bearings, whose behaviour has been presented, we have performed technological tests to put in evidence the advantages of the use of a rotating ring suspended on the air bearing, comparatively to the classical ring.

Three aspects have been investigated :

- i) the yarn wire in the spinning process ;
- ii) the number of breaks of the yarn on 1 000 spindle hour ;
- iii) the features of the resulted yarns.

The results obtained in the tests for a yarn Nm 36 regarding the yarn wires for the three types of bearings, comparatively to the conventional ring, are synthetized in Figs. 7 and 8.

As a result of the strong increase of the friction and wire at high number of rotations of the spindle in the assembly ring-traveller, the number of breaks will substantially increase for the conventional system, according to Table 2.

Using the rotating ring, the increase of the number of breaks is slower, especially at the bearing *III*, which works synchronously. As a result, at a number of rotations of $10\,000\text{ min}^{-1}$ at spindle, a reduction of the number of breaks with 34...36 % is obtained ; this number of rotations cannot be surpassed in the conventional system.

As regards the quality of the yarns obtained with the two systems of spinnings it can be observed an improvement of the physical-mechanical and structural features of these yarns, the determinations being done for : yarn Nm 40—mixture 30 % wool + 70 % PNA and yarn Nm 36—mixture 80 % wool + 20 % PA. The medium values of these features are presented in Tables 2 and 3.

Table 2

The quality of the yarns obtained with the two systems of spinning for yarn Nm 40, mixture 70% PNA + 30% wool

Yarn features	Number of spindle rotations min	6 000		7 000		8 000		9 000		10 000		11 000	12 000
		RC*	RR**	RC	RR _{III}	RC	RR _{III}	RC	RR _{III}	RC	RR _{III}	RR _{III}	RR _{III}
Finess, Nm/Tex		39.9/25	40.7/24.5	40.2/24.8	40.9/24.4	39.7/25.1	40.2/29.8	41.3/25.2	39.5/25.3	40.8/24.5	45.5/24.3	40.8/24.5	40.7/24.5
Irregularity of finess, %		2	1.6	2.3	1.7	2.5	1.9	3	2.2	3.7	2.3	2.5	2.8
Load breaking, cN		255	262.3	298.1	260	234	254.1	216.3	250.7	205.4	240.3	238.2	235
Irregularity of load breaking, %		11.4	9.9	12.5	10.2	13.1	10.7	13.8	10.9	14.3	11.4	11.6	12
Breaking elongation, %		13.7	14.2	13.2	14	12.8	13.6	12	13.5	11.1	13.2	13	12.8
Twisting, rot/m		531	542	539	551	560	547	570	538	567	552	559	560
Hairness, no/60 m		2 710	2 507	2 730	2 505	2 890	2 576	2 976	2 560	3 105	2 607	2 690	2 668
Irregularity Uster, %		13	10.8	13.6	12.5	14.7	12.9	15.9	13.3	17.8	13.7	13.9	14.2
Thin places no/1 000 m		79	58	82	63	93	68	104	79	121	81	80	89
Thick places, no/1 000 m		79	40	61	46	79	52	87	51	104	60	63	68
Neps, no/1 000 m		41	37	56		64		78	49	91	51	50	

* Classical ring, ** rotating ring type R_{III}

Table 3

The quality of the yarns obtained with the two systems of spinning for yarn Nm 36, mixture 80% wool $S_{11} + 20\% P.A$

Yarn features	6 000		5 000		7 000		8 000		9 000		10 000		11 000	12 000
	RC*	RR _{III} **	RC*	RR _{III} **	RC	RR _{III}	RC	RR _{III}	RC	RR _{III}	RC	RR _{III}	RR _{III}	RR _{III}
Finess, Nm/Tex	36.8/ 27.4	36.2/ 27.4	35.1/ 27.9	35.8/ 27.9	35.2/ 27.8	36.2/ 27.6	36.3/ 27.5	35.8/ 27.9	35.7/ 28.6	36.7/ 27.6	36.1/ 27.7	36/ 27.1	86.9/ 27.1/	37.1/ 26.9
Irregularity of finess, %	2.1	1.3	3.8	1.6	3.1	1.7	2.3	1.9	3.7	2.1	4.0	2.1	2.4	2.7
Load breaking, CN	231	237	230.8	234.1	210.5	233.7	204.5	230.1	185.1	210.6	180.3	207	205.1	203.2
Irregularity of load breaking, %	11.5	10.4	11.8	10.8	13.4	11.6	14.8	11.9	15.6	12.5	16.3	12.7	12.7	13.9
Breaking elongation, %	12.2	14.9	13.8	14.5	13.5	14.2	13	14	12.1	13.8	11.2	13.7	13.2	13
Twisting, rot/m	550.1	548	552.3	542.3	530	540.1	535	538.7	540.1	531.3	522	537	544	539
Hairness, no/60 m	3 110	2 710	3 211	2 800	3 270	2 850	3 245	2 916	3 410	3 100	3 700	3 107	3 211	3 280
Irregularity Uster, %	12.1	10.5	12.6	10.8	13.2	11.1	14.5	11.6	15.8	11.4	17	12.2	12.5	13
Thin places, no/1 000 m	85	70	88	71	94	78	90	76	115	83	135	90	94	98
Thick places, no/1 000 m	61	58	82	60	80	62	89	69	95	78	105	85	88	96
Neps, y ₀ no/1 000	38	30	41	29	49	38	55	41	80	43	102	47	52	51

* Classical ring; ** rotating ring type R_{III}

Conclusions. 1. The three bearings for the suspension of the ring achieved and tested are the result of researches effected in the last three years, regarding the designing and the optimization of different systems of such bearings.

2. As it results from the researches the use of the rotating ring suspended on a air cushion allows an increase of the ring frame productivity, a decrease of the number of breaks and an improvement of the quality of the resulted yarns.

3. From among the 3 types of bearings presented for the ring suspension we consider with an optimal work the double conical bearing *III* at which a synchronous number of rotations between the ring and traveller has been achieved. As a result, with this type of ring we have obtained the best results. Subsequent studies are necessary for other types of raw material.

Received June 10, 1983

Polytechnic Institute, Jassy,
Department of Spinning

REFERENCES

1. Lunenschloss J., *Melliand Textilberichte*, **1**, 14–17 (1983).
2. Kleinshasl E., *Textil Praxis*, **10**, 1077–1082 (1981).
3. Bruggeman P., *Bull. Scient. I.T.F.*, **36**, 303 (1980).
4. Chatelier M., *L'Industrie Textile*, **1110**, 305 (1981).
5. Bruggeman P., *L'Industrie Textile*, **1109**, 209 (1981).
6. Schenkel E., *Textil Industrie*, **4**, 160 (1979).

CERCETĂRI PRIVIND POSIBILITĂȚILE DE UTILIZARE A INELULUI ROTATIV ÎN PROCESUL DE FILARE

(Rezumat)

Sînt prezentate trei tipuri de lagăre ce pot fi utilizate pentru sustentarea inelului în vederea antrenării acestuia în mișcare de rotație.

Se studiază aceste lagăre sub aspect funcțional și se urmăresc apoi avantajele utilizării acestui sistem prin scăderea tensiunii firului, a numărului de ruperi și îmbunătățirea calității firelor obținute.



PURE NEW WOOL
elastic and supple
isolating and pleasant

WOOLMARK is the International Wool Secretariat's symbol for high quality products made from pure new wool.

WOOLMARK label insures the consumer that the product successfully passed numerous control tests concerning the wool content and the wearing properties.

CENTRALA INDUSTRIEI LÎNII — BUCUREȘTI offers 100% wool products with WOOLMARK label

— leather about 300g (pairs)
— ready-made clothes
the "Cabină" mark brands:



The "Capris" mark produces :

- handbags and satchels
- ready-made clothes
- leather sport goods (balls)

The Address :

ÎNȚEPRINDEREA DE PIELE

ȘI MAROCHINĂRIE

Sebeș-Alba

Str. Progresului Nr. 5-7

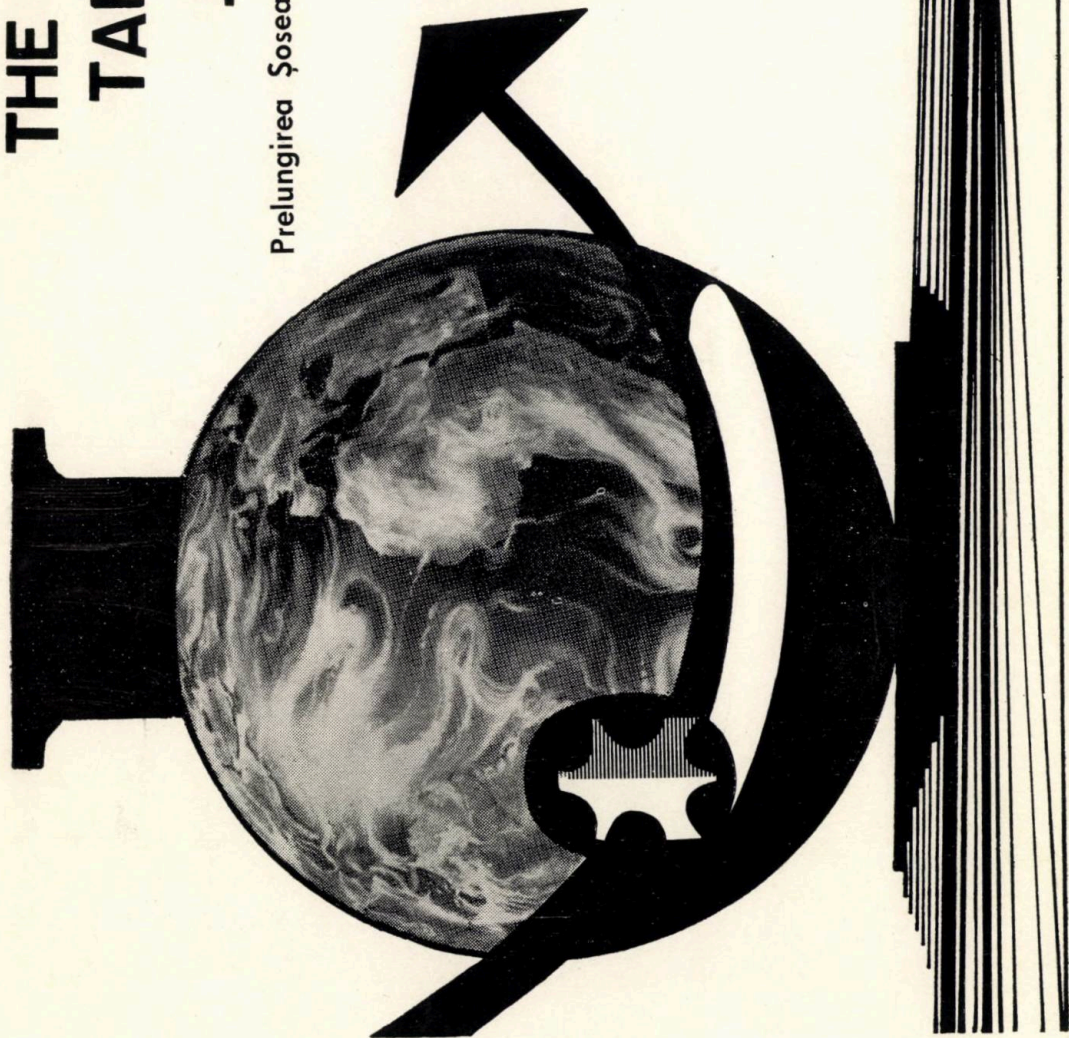
Telephone : 967/32232

Telex : 03 66 14

ROUMANIA

THE MINER TANNERY JILAVA

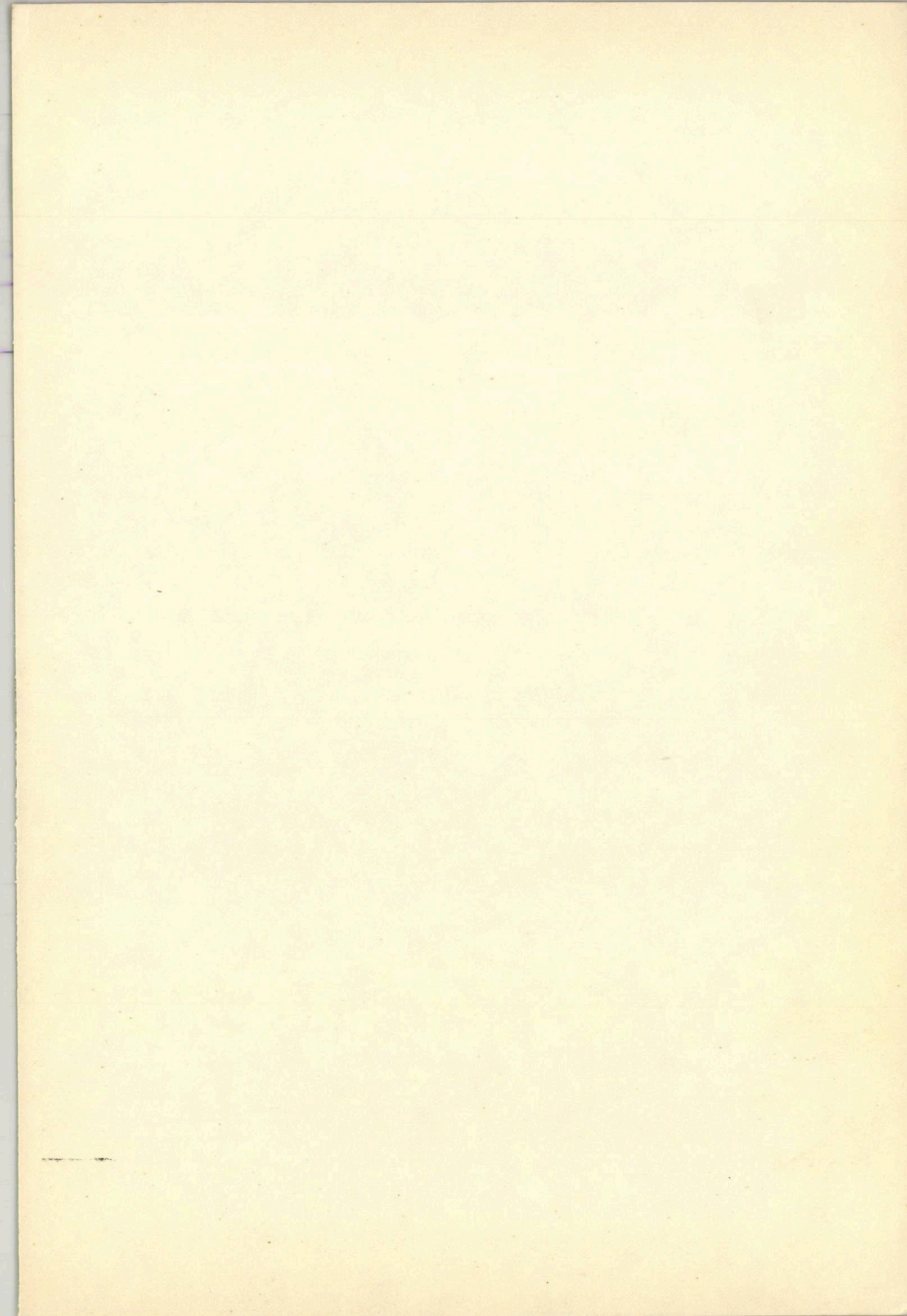
Prelungirea Șoseaua Giurgiului Nr. 33 a



produces leathers
and galleys for all
sorts of footwear
and leather goods,
characterized by -

- softness
- fine touch
- modern finishing





40822